

(12) **Österreichische Patentanmeldung**

(21)	Anmeldenummer:	A 50140/2022	(51)	Int. Cl.:	C23C 16/22	(2006.01)
(22)	Anmeldetag:	03.03.2022			C23C 16/30	(2006.01)
(43)	Veröffentlicht am:	15.04.2023			C23C 16/34	(2006.01)

(56) Entgegenhaltungen:
US 2015064452 A1
EP 0032887 A1
DE 112012003571 T5
US 2018216224 A1
AT 510713 A4

(71) Patentanmelder:
BOEHLERIT GmbH & Co.KG.
8605 Kapfenberg (AT)

(74) Vertreter:
WIRNSBERGER & LERCHBAUM
Patentanwälte OG
8700 Leoben (AT)

(54) **Verfahren zur Herstellung einer Beschichtung auf einem Objekt und entsprechend hergestellter beschichteter Körper**

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung einer Beschichtung auf einem Objekt, insbesondere einem Schneideinsatz wie einer Schneidplatte für spanabhebende Bearbeitungsvorgänge, wobei eine Beschichtung mit einer oder mehreren Beschichtungslagen auf das Objekt aufgebracht wird, wobei zumindest eine $Al_{1-x}Ti_xN$ -Beschichtungslage mit einem CVD-Verfahren abgeschieden wird, wobei Stickstoff in der $Al_{1-x}Ti_xN$ -Beschichtungslage teilweise substituiert sein kann. Um eine Beschichtungslage mit einem möglichst hohen Anteil an kubischen Phasen zu erhalten, ist erfindungsgemäß vorgesehen, dass die $Al_{1-x}Ti_xN$ -Beschichtungslage in Anwesenheit eines schwefelhaltigen Gases abgeschieden wird. Des Weiteren betrifft die Erfindung einen entsprechend hergestellten beschichteten Körper.

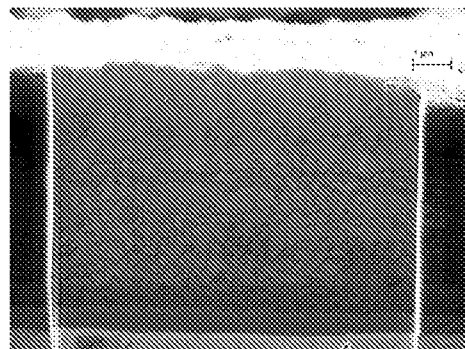


Fig. 3

Zusammenfassung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung einer Beschichtung auf einem Objekt, insbesondere einem Schneideinsatz wie einer Schneidplatte für spanabhebende

- 5 Bearbeitungsvorgänge, wobei eine Beschichtung mit einer oder mehreren Beschichtungslagen auf das Objekt aufgebracht wird, wobei zumindest eine $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslage mit einem CVD-Verfahren abgeschieden wird, wobei Stickstoff in der $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslage teilweise substituiert sein kann. Um eine Beschichtungslage mit einem möglichst hohen Anteil an kubischen Phasen zu erhalten, ist erfindungsgemäß
- 10 vorgesehen, dass die $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslage in Anwesenheit eines schwefelhaltigen Gases abgeschieden wird.

Des Weiteren betrifft die Erfindung einen entsprechend hergestellten beschichteten Körper.

15

Fig. 3

Verfahren zur Herstellung einer Beschichtung auf einem Objekt und entsprechend hergestellter beschichteter Körper

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung einer Beschichtung auf einem Objekt, insbesondere einem Schneideinsatz wie einer Schneidplatte für spanabhebende Bearbeitungsvorgänge, wobei eine Beschichtung mit einer oder mehreren Beschichtungslagen auf das Objekt aufgebracht wird, wobei zumindest eine $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslage mit einem CVD-Verfahren abgeschieden wird, wobei Stickstoff in der $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslage teilweise substituiert sein kann.

Des Weiteren betrifft die Erfindung einen beschichteten Körper.

Aus dem Stand der Technik ist es bekannt, dass Schneidwerkzeuge oder Schneideinsätze zur Erhöhung einer Standzeit im Schneideinsatz mit Beschichtungslagen beschichtet werden, die aus Titan, Aluminium und Stickstoff zusammengesetzt sind. Allgemein wird diesbezüglich oftmals von TiAlN-Beschichtungslagen gesprochen, wobei eine durchschnittliche chemische Zusammensetzung, unabhängig davon, ob eine oder mehrere Phasen in der Beschichtungslage vorliegen, mit $\text{Ti}_{1-x}\text{Al}_x\text{N}$ angegeben wird (mit $x > 0$). Für Beschichtungslagen, die in Bezug eine durchschnittliche Gesamtzusammensetzung mehr Aluminium als Titan enthalten, ist auch die Nomenklatur AlTiN bzw. genauer $\text{Al}_x\text{Ti}_{1-x}\text{N}$ gebräuchlich (mit $x > 0,50$).

Aus der WO 03/085152 A2 ist es bekannt, im System AlTiN monophasige Beschichtungslagen mit einer kubischen Struktur herzustellen, wobei bei einem relativen Anteil von Aluminiumnitrid (AlN) bis zu 67 Molprozent (Mol-%) eine kubische Struktur des AlTiN erhalten wird. Bei höheren AlN-Gehalten von bis zu 75 Mol-% entsteht ein Gemisch aus kubischem AlTiN und hexagonalem AlN und bei einem AlN-Gehalt von mehr als 75 Mol-% ausschließlich hexagonales AlN und kubisches Titannitrid (TiN). Gemäß der genannten Druckschrift werden die beschriebenen AlTiN-Beschichtungslagen mittels Physical Vapor Deposition (PVD) abgeschieden. Mit einem PVD-Verfahren sind somit maximale relative Anteile von AlN praktisch auf 67 Mol-% beschränkt, da sonst ein Umkippen in Phasen möglich ist, die Aluminium nur in Form von hexagonalem AlN enthalten. Ein höherer relativer Anteil von AlN in einer kubischen Phase ist jedoch nach Fachmeinung erwünscht, um eine Verschleißbeständigkeit möglichst zu maximieren.

Historisch wurde daher versucht, diese Nachteile der PVD-Verfahren zu überwinden und es ist aus dem Stand der Technik auch bekannt, anstelle von PVD-Verfahren Chemical Vapor Deposition (CVD) einzusetzen, wobei ein CVD-Verfahren bei relativ niedrigen Temperaturen im Temperaturfenster von 700 °C bis 900 °C durchzuführen ist, da

5 kubische AlTiN-Beschichtungslagen bei Temperaturen von z. B. ≥ 1000 °C aufgrund der metastabilen Struktur derartiger Beschichtungslagen nicht herstellbar sind.

Gegebenenfalls können die Temperaturen gemäß der US 6,238,739 B1 auch noch tiefer liegen, und zwar im Temperaturfenster von 550 °C bis 650 °C, wobei allerdings hohe Chlorgehalte in der Beschichtungslage in Kauf zu nehmen sind, was sich für einen

10 Anwendungsfall als nachteilig erweist.

Man hat in der Folge versucht, CVD-Verfahren so zu optimieren, dass mit diesen AlTiN-Beschichtungslagen mit einem hohen Anteil von Aluminium und kubischer Struktur der Beschichtungslage herstellbar sind (I. Endler et al., Proceedings Euro PM 2006, Ghent,

15 Belgien, 23. bis 25. Oktober 2006, Vol. 1, 219). Wenngleich diese Beschichtungslagen eine hohe Mikrohärtigkeit und damit grundsätzlich günstige Eigenschaften für eine hohe

Verschleißbeständigkeit im Einsatz aufweisen, so hat es sich doch erwiesen, dass eine Haftfestigkeit derartiger Beschichtungslagen zu gering sein kann. Diesbezüglich wurde daher in der DE 10 2007 000 512 B3 vorgeschlagen, unterhalb einer kubischen AlTiN-

20 Beschichtungslage, die 3 µm dick ist, eine 1 µm dicke Beschichtungslage vorzusehen, die als Phasengradientenschicht ausgebildet ist und aus einem Phasengemisch aus

hexagonalem AlN, TiN und kubischem AlTiN besteht, wobei ein kubischer AlTiN-Anteil mit nach außen hin bzw. zur (ausschließlich) kubischen AlTiN-Beschichtungslage einen

steigenden Anteil aufweist. Entsprechend beschichtete Schneidplatten wurden zu einem Fräsen von Stahl eingesetzt, wobei allerdings gegenüber Beschichtungslagen, die mittels eines PVD-Verfahrens hergestellt wurden, lediglich geringe Verbesserungen einer Verschleißfestigkeit erzielt wurden.

Neben der nur geringen Verbesserung einer Verschleißfestigkeit besteht ein weiterer

30 Nachteil einer Anbindungsschicht gemäß der DE 10 2007 000 512 B3 darin, dass die Anbindungs- bzw. Phasengradientenschicht äußerst schnell aufwächst, auch bei

Versuchen im Labormaßstab (I. Endler et al., Proceedings Euro PM 2006, Ghent, Belgien, 23. bis 25. Oktober 2006, Vol. 1, 219). Dies führt bei einer Herstellung in einem größeren Reaktor, der für ein großtechnisches Beschichten von Schneidplatten ausgelegt ist, dazu,

dass die Anbindungs- bzw. Phasengradientenschicht im vorgesehenen Beschichtungsprozess äußerst dick wird, da eine Temperatur zur Ausbildung der letztlich vorgesehenen kubischen AlTiN abzusinken ist, was entsprechende Zeit erfordert.

Während dieser Absenkung einer Prozesstemperatur wächst jedoch eine Dicke der Anbindungs- bzw. Phasengradientenschicht rasch an, weil in einem großtechnischen Reaktor eine schnelle Abkühlung nicht möglich ist. Denkbar wäre es, den Beschichtungsprozess für längere Zeit bzw. das Abkühlen zu unterbrechen, was allerdings nicht wirtschaftlich ist. Die Phasengradientenschicht bringt somit nicht nur einen zusätzlichen Aufwand bei überschaubarer Leistungssteigerung mit sich, sondern ist auch schwierig handhabbar.

Bei der Herstellung von AlTiN-Beschichtungslagen mittels eines CVD-Verfahrens und deren Optimierung ist man zunächst von der Zielsetzung ausgegangen, dass verschleißfeste und oxidationsbeständige, somit optimale Beschichtungslagen erzielbar sind, wenn ein Aluminiumgehalt in der Beschichtungslage möglichst hoch ist und die Beschichtungslage nach Möglichkeit eine vollständig kubische Struktur aufweist.

In diesem Zusammenhang wurde aus der WO 2012/126030 A1 die Ausbildung von AlTiN-Beschichtungslagen bekannt, wobei die AlTiN-Beschichtungslagen mit einer überwiegend kubischen Struktur ausgebildet sein können. In der AlTiN-Beschichtungslage können aber noch weitere Phasen vorliegen, beispielsweise hexagonales AlN. Interessanterweise hat sich gezeigt, dass innerhalb entsprechender AlTiN-Beschichtungslagen auch lamellenartige Strukturen vorliegen können. Mit solchen AlTiN-Beschichtungslagen beschichtete Schneidplatten führen zu deutlich verbesserten Standzeiten im Vergleich mit herkömmlichen PVD-beschichteten Schneidwerkzeugen.

In weiteren Arbeiten konnten gemäß der WO 2013/134796 A1 AlTiN-Beschichtungslagen hergestellt werden, welche innerhalb der AlTiN-Beschichtungslagen zumindest teilweise mit einer Lamellenstruktur ausgebildet sind, wobei sich gezeigt hat, dass die Lamellen aus abwechselnden Bereichen unterschiedlicher Zusammensetzung bestehen, wobei eine hexagonale, aluminiumreiche Phase in Abschnitten abwechselnd mit einer kubischen, titanreichen Phase angeordnet ist. Überraschenderweise wurde gefunden, dass mit entsprechend beschichteten Schneidwerkzeugen außerordentlich gute Ergebnisse in Bezug auf Standzeit beim Fräsen erzielt werden konnten, obwohl hexagonales

Aluminiumnitrid anwesend ist. Dies dürfte auf die spezielle lamellenartige Ausbildung zurückgehen, in welcher das an sich weichere hexagonale Aluminiumnitrid offenbar nicht besonders nachteilig ist.

- 5 In weiteren Bestrebungen, solche AlTiN- bzw. genauer $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslagen zu untersuchen und gegebenenfalls zu verbessern sowie auch die dahinterliegenden Mechanismen zu verstehen, konnte gemäß der WO 2016/112417 A1 gefunden werden, dass durch gezielte Variation eines Verhältnisses der Vorläuferverbindungen für Titan und Aluminium unter vorbestimmten Reaktionsbedingungen in Bezug auf Temperatur, Druck
10 und Gaszusammensetzungen sowie -flüsse eine Abfolge der Lamellenausbildung mit abwechselnden Schichten mit höherem Aluminiumgehalt und höherem Titangehalt gezielt eingestellt werden kann. Bei sehr hohen Aluminiumgehalten können gemäß der WO 2016/112417 A1 bei höheren Aluminiumgehalten Strukturen mit Lamellen aus abwechselnd hexagonalen und kubischen Abschnitten erhalten werden, wohingegen bei
15 niedrigeren Aluminiumgehalten Strukturen erhalten werden können, in welchen die einzelnen Abschnitte jeweils eine kubische Struktur aufweisen. Der entsprechende Mechanismus wurde in der Folge in mehreren wissenschaftlichen Publikationen aufgeklärt (A. Köpf et al., Nanostructured coatings for tooling applications, Mat. Sci. Forum Vols. 825-826 (2015) 599; A. Köpf et al., Nanostructured coatings for tooling applications, Int.
20 Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 62, (2017) 219).

- Die ursprünglichen Arbeiten an $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungssystemen hatten das Ziel, möglichst viel Aluminium in den $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslagen abzuscheiden, um dadurch eine hohe Oxidationsbeständigkeit zu erhalten, nach Möglichkeit unter Erhalt einer
25 kubischen Struktur. Wie sich jedoch entsprechend den vorstehenden Zitaten herausgestellt hat, erfolgt bei vergleichsweise hohen Aluminiumgehalten eine Ausbildung einer Lamellenstruktur mit abwechselnd hexagonalen, aluminiumreichen Abschnitten einerseits und kubischen, titanreichen Abschnitten andererseits. Die entsprechenden Strukturen sind für eine spanabhebende Bearbeitung sehr gut geeignet, allerdings wäre
30 es wünschenswert, ausschließlich kubische Strukturen, also solche mit abwechselnd kubischen Abschnitten mit höherem Aluminiumgehalt und kubischen Abschnitten mit höherem Titangehalt auch bei einem durchschnittlich höheren Aluminiumgehalt in einer $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslage stabilisieren zu können. Dadurch könnte sich eventuell eine

Verbesserung in der Standzeit entsprechend beschichteter Werkzeuge wie beispielsweise Schneidplatten ergeben.

Hier setzt die Erfindung an. Aufgabe der Erfindung ist es, ein Verfahren der eingangs
 5 genannten Art derart weiterzubilden, dass ein beschichtetes Objekt bereitgestellt werden kann, insbesondere ein Schneideinsatz wie eine Schneidplatte, das eine $Al_{1-x}Ti_xN$ -Beschichtungslage aufweist, welche mit hoher Verschleißfestigkeit ausgebildet ist.

Ein weiteres Ziel ist es, einen entsprechend hergestellten Körper der eingangs genannten
 10 Art darzustellen.

Die verfahrensmäßige Aufgabe wird gelöst, wenn bei einem Verfahren der eingangs genannten Art die $Al_{1-x}Ti_xN$ -Beschichtungslage in Anwesenheit eines schwefelhaltigen Gases abgeschieden wird.

15

Ein mit einem erfindungsgemäßen Verfahren erzielter Vorteil ist darin zu sehen, dass ein beschichtetes Objekt bereitgestellt werden kann, insbesondere ein Schneidelement wie eine Schneidplatte oder ein anderes Schneidelement bzw. -werkzeug, das im Einsatz, insbesondere bei einer spanabhebenden Bearbeitung von Werkstücken, beispielsweise
 20 einem Drehen oder Fräsen, eine hohe Verschleißfestigkeit aufweist. Es wurde überraschend gefunden, dass die Anwesenheit eines schwefelhaltigen Gases dazu führt, dass eine Lamellenstruktur in $Al_{1-x}Ti_xN$ -Beschichtungslagen mit kubischer Struktur, also kubischen Abschnitten, welche unmittelbar auf kubische Abschnitte folgen, aber unterschiedliche chemische Zusammensetzungen aufweisen, stabilisiert wird. Dies
 25 bedeutet, dass bei Präsenz eines schwefelhaltigen Gases während des Abscheidevorganges bzw. eines CVD-Beschichtungsschrittes eine entsprechende kubische Ausbildung der Lamellenstruktur mit höheren Aluminiumgehalten stabilisiert werden kann. Ein genauer Mechanismus hierzu ist noch nicht bekannt. Im Vergleich mit einer Prozessführung ohne Anwesenheit eines schwefelbildenden Gases zeigt sich aber,
 30 dass insgesamt betrachtet mehr kubische Phase vorhanden ist bzw. bei Einsatz eines schwefelhaltigen Gases eine kubische Struktur zu höheren Aluminiumgehalten hin (bezogen auf die Gesamtzusammensetzung der $Al_{1-x}Ti_xN$ -Beschichtungslage) erhalten werden kann. Höhere Aluminiumgehalte wiederum begünstigen die Oxidationsbeständigkeit und damit auch ein Verschleißverhalten bei

Bearbeitungsoperationen, bei welchen hohe Temperaturen auftreten, beispielsweise einem Drehen oder Fräsen von Werkstücken aus einem Metall oder einer Legierung.

- In einer entsprechend hergestellten $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslage ist Schwefel präsent. Die
- 5 $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslage kann so ausgebildet sein, dass Stickstoff teilweise substituiert ist. Für die Substitution kommen insbesondere Kohlenstoff und/oder Sauerstoff infrage. Unabhängig von der Art des Substituenten für Stickstoff ist jedoch bevorzugt vorgesehen, dass nicht mehr als 10 % der Stickstoffatome durch Kohlenstoff und/oder Sauerstoff
- 10 ersetzt sind. Vermutet wird, dass auch Schwefel als Substituent des Stickstoffs vorliegt, allerdings könnte es auch sein, dass innerhalb der Beschichtungslage beispielsweise feine Sulfide gesondert abgeschieden sind, welche während der Abscheidung der $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslage eine Ausbildung einer Lamellenstruktur mit ausschließlich oder zumindest überwiegend abwechselnden kubischen Abschnitten begünstigt.
- 15 Grundsätzlich kommen verschiedene schwefelhaltige Gase bei einem erfindungsgemäßen Verfahren zum Einsatz, beispielsweise Thiole, welche sich bei den Prozesstemperaturen von in der Regel mehr als 700 °C zersetzen. Eine andere mögliche Schwefelquelle ist Kohlenstoffdisulfid. Bevorzugt ist aber einer einfachen Prozessführung wegen vorgesehen, dass Schwefelwasserstoff als schwefelhaltiges Gas eingesetzt wird.
- 20 Schwefelwasserstoff ist einfach handhabbar und liegt bereits in gasförmiger Form vor, lässt sich also ohne Weiteres mit den übrigen Gasen in eine Reaktionszone zuführen.

- Entsprechend der bevorzugten Ausbildung mit abwechselnden Abschnitten jeweils kubischer Struktur, ist mit Vorteil vorgesehen, dass die $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslage mit
- 25 einem Volumenanteil von hexagonalem Aluminiumnitrid (AlN) von weniger als 20 Volumenprozent (im Folgenden kurz: Vol.-%), vorzugsweise weniger als 10 Vol.-%, insbesondere weniger als 5 Vol.-%, abgeschieden wird. Gewisse Anteile von hexagonalem AlN können allerdings vorgesehen sein, beispielsweise mehr als 1 Vol.-%. Dabei kann das hexagonale AlN entweder in Lamellen vorliegen (wobei Aluminium
- 30 teilweise durch Titan substituiert sein kann) und/oder als gesondertes hexagonales AlN.

Die $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslage wird mit Vorteil als äußerste Beschichtungslage abgeschieden. Die äußerste Beschichtungslage ist in der Regel eine Arbeitsschicht, welche mit dem zu bearbeitenden Material, beispielsweise einem Gusswerkstoff, in

Berührung kommt. Da die $Al_{1-x}Ti_xN$ -Beschichtungslage äußerst verschleißfest ist, ist es zweckmäßig, dass diese eine äußerste Beschichtungslage darstellt. Es ist aber auch möglich, dass auf der $Al_{1-x}Ti_xN$ -Beschichtungslage eine oder mehrere weitere Beschichtungslagen abgeschieden sind. Hierfür kommen beispielsweise Oxidschichten
 5 infrage, aber auch weniger verschleißfeste Beschichtungslagen, beispielsweise aus kubischem Titannitrid.

Mit Vorteil ist vorgesehen, dass unterhalb der $Al_{1-x}Ti_xN$ -Beschichtungslage eine oder mehrere Beschichtungslagen abgeschieden werden, wobei vorzugsweise alle
 10 Beschichtungslagen mit einem CVD-Verfahren abgeschieden sind. Die eine oder mehrere der unterhalb der $Al_{1-x}Ti_xN$ -Beschichtungslage abgeschiedenen Beschichtungslagen dienen einerseits zur Anbindung an ein Substrat, üblicherweise ein Hartmetall oder gegebenenfalls auch ein Schnellarbeitsstahl, sowie gegebenenfalls auch zur weiteren Optimierung der Beschichtung insgesamt in Bezug auf eine Verschleißfestigkeit. Als
 15 unmittelbare Anbindungsschicht auf einem Grundkörper, beispielsweise einem Grundkörper aus einem Hartmetall, kommt in der Regel eine Beschichtungslage aus Titannitrid zur Anwendung. Die Anbindungslage aus Titannitrid weist in der Regel eine Dicke von nicht mehr als 2 μm auf und ist mit einem CVD-Verfahren abgeschieden. Im Anschluss kann direkt die $Al_{1-x}Ti_xN$ -Beschichtungslage vorgesehen sein, es kann jedoch
 20 auch zumindest noch eine weitere (Zwischen-)Lage vorgesehen sein. Bei dieser Zwischenlage kann es sich insbesondere um eine Beschichtungslage aus Titancarbonnitrid (TiCN) handeln. Insbesondere kommt hierfür das dem Fachmann bekannte MT-TiCN infrage, wobei MT für Mitteltemperatur steht, also TiCN, welches bei relativ niedrigen Temperaturen abgeschieden ist. Grundsätzlich ist die Anbindungslage
 25 aus TiN ausreichend, sodass auf Zwischenlagen verzichtet werden kann, was eine effektivere und materialsparende Produktion ermöglicht.

Sofern vorgesehen, ist es bevorzugt, dass eine TiCN-Beschichtungslage bei einer Temperatur von 800 °C bis 880 °C abgeschieden wird. Grundsätzlich könnten für die
 30 Herstellung der TiCN-Beschichtungslage mit länglichen Kristallen auch tiefere Temperaturen gewählt werden, allerdings müsste dann anschließend wieder ein Erwärmen erfolgen, um die Beschichtungslage mit $Al_xTi_{1-x}N$ abzuscheiden.

Die optional vorgesehene TiCN-Beschichtungslage wird zweckmäßigerweise mit einer Dicke von bis zu 7 μm , vorzugsweise 2 μm bis 5 μm , abgeschieden. Eine entsprechende Dicke ist ausreichend, um der Beschichtung insgesamt eine erforderliche Zähigkeit zu verleihen bzw. allfällige Zug- und/oder Druckspannungen möglichst zu vermeiden. Eine gewisse Zähigkeit der Beschichtung insgesamt ist auch erforderlich, da die Beschichtungslage mit $\text{Al}_x\text{Ti}_{1-x}\text{N}$ eine hohe Härte und daher eine eher geringe Zähigkeit aufweist.

Die Herstellung der TiCN-Beschichtungslage kann, wie an sich aus dem Stand der Technik bekannt, erfolgen. Diesbezüglich wird zweckmäßigerweise die TiCN-Beschichtungslage aus einem Gas enthaltend oder bestehend aus Stickstoff, Wasserstoff, Acetonitril und Titan-tetrachlorid abgeschieden. Um bei den vergleichsweise hohen Temperaturen der Abscheidung der TiCN-Beschichtungslage von 800 °C bis 880 °C eine Dicke dieser Beschichtungslage gezielt zu kontrollieren, kann im Gegensatz zum Stand der Technik das Gas mit einem höheren Stickstoffanteil als Wasserstoffanteil eingesetzt werden, wodurch eine Abscheidungsgeschwindigkeit gering gehalten werden kann. Zweckmäßig ist es diesbezüglich, dass der Stickstoffanteil zumindest das Zweifache, bevorzugt zumindest das Vierfache, insbesondere das Sechsfache, des Wasserstoffgehaltes beträgt. Die Beschichtungslage mit $\text{Al}_x\text{Ti}_{1-x}\text{N}$ wird bevorzugt bei einer Temperatur gleich oder unterhalb einer Temperatur einer Abscheidung der TiCN-Beschichtungslage abgeschieden. Damit kann ein Prozess zur Herstellung einer Beschichtung in Bezug auf eine Temperaturführung effizient gestaltet werden. Es ist dann möglich, ausgehend von einer Ausgangstemperatur, die Temperatur während einer Herstellung der Beschichtungslage kontinuierlich zu senken, wobei eine vorteilhafte Beschichtung in kurzer Zeit erhalten werden kann. Eine so erstellte TiCN-Beschichtungslage weist im Querschnitt längserstreckte Kristalle aufweist, die vorzugsweise überwiegend in einem Winkel von $\pm 30^\circ$ zu einer Oberflächennormalen der beschichteten Fläche verlaufen. Eine durchschnittliche Zusammensetzung $\text{TiC}_a\text{N}_{1-a}$ weist für den Index a einen Bereich von 0,3 bis 0,8, insbesondere 0,4 bis 0,6, auf.

30

Es ist darüber hinaus auch möglich, dass mehrere $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslagen abgeschieden werden, welche durch weitere Beschichtungslagen getrennt sind. Es wird damit eine alternierende Schichtstruktur aufgebaut, in welcher die $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslagen abwechselnd mit weiteren Beschichtungslagen angeordnet sind. Die

weiteren Beschichtungslagen können für sich betrachtet gleich oder unterschiedlich ausgebildet sein. Mit Vorteil wird eine alternierende Ausbildung mit einer gleichen Beschichtungslage gestaltet, sodass eine abstrakte Abfolge A-B-A-B etc. gegeben ist, wobei A für die $Al_{1-x}Ti_xN$ -Beschichtungslage und B für die weitere Beschichtungslage steht. Bei der weiteren Beschichtungslage kann es sich beispielsweise um eine oxidische Beschichtungslage handeln.

Verfahrensmäßig ist bevorzugt, dass die $Al_{1-x}Ti_xN$ -Beschichtungslage aus einem ersten Gemisch von Stickstoff, Wasserstoff, Titantetrachlorid, Aluminiumtrichlorid sowie Schwefelwasserstoff und einem zweiten Gemisch von Stickstoff und Ammoniak abgeschieden wird. Die beiden Gemische werden einer Reaktionszone gesondert zugeführt. Die Reaktionszone kann insbesondere das Innere eines Reaktors sein, beispielsweise eines industriellen Reaktors. Derartige Reaktoren für CVD-Verfahren sind dem Fachmann bekannt und werden beispielsweise unter der Marke Bernex® vertrieben. Eine gesonderte Zuführung der reaktiven Gase in eine Reaktionszone des Reaktors mit Titantetrachlorid und Aluminiumtrichlorid einerseits und Ammoniak andererseits ist zweckmäßig, da eine Reaktion der Metallchloride mit Ammoniak rasch stattfindet und andernfalls das Risiko besteht, dass Zuführleitungen blockiert werden. Der vorgesehene Schwefelwasserstoff wird dabei zweckmäßigerweise mit dem ersten Gemisch zugeführt.

Der eingesetzte Reaktor kann im Wesentlichen zylinderförmig als vertikaler Reaktor ausgebildet sein, in welchem die zu beschichtenden Objekte, insbesondere Schneidplatten, in horizontalen Ebenen angeordnet sind. Hierfür kommen sogenannte Trays infrage. Die Schneidplatten können auch hängend in Ebenen quer zu einer hoherstreckenden Längsachse des Reaktors positioniert sein. Bei der entsprechenden vertikalen Ausbildung des Reaktors können dann zentral Zuführungen für die beiden Gasgemische vorgesehen sein, wobei die Gasgemische etwa in den Ebenen der angeordneten, zu beschichtenden Objekte aus den Rohren in die Reaktionszone des Reaktors eintreten. Dadurch ist sichergestellt, dass sich die gesondert zugeführten, reaktiven Gase erst in der eigentlichen Reaktionszone des Reaktors vermischen können.

Die $Al_{1-x}Ti_xN$ -Beschichtungslage wird bevorzugt bei einer Temperatur von 800 °C bis 850 °C, vorzugsweise 810 °C bis 830 °C, abgeschieden. Dieser Temperaturbereich für die Abscheidung eignet sich ausgezeichnet zur Herstellung der gewünschten Strukturen.

Ein Druck in der Reaktionszone bzw. beim Abscheiden der $Al_{1-x}Ti_xN$ -Beschichtungslage wird mit Vorteil auf 10 mbar bis 80 mbar, insbesondere 15 mbar bis 40 mbar, eingestellt.

Die $Al_{1-x}Ti_xN$ -Beschichtungslage wird bevorzugt zumindest teilweise mit Bereichen aus
5 Lamellen hergestellt, wobei die Lamellen vorzugsweise eine durchschnittliche Größe, bestimmt nach Debye-Scherrer, von weniger als 150 nm, vorzugsweise weniger als 100 nm, insbesondere weniger als 80 nm, aufweisen. Eine Ausbildung der $Al_{1-x}Ti_xN$ -Beschichtungslage mit Lamellen hat sich als besonders günstige Struktur für Beschichtungen für spanabhebende Werkzeuge, beispielsweise Schneidplatten oder
10 dergleichen, herausgestellt. Hierbei kann es auch vorkommen, dass lediglich bereichsweise eine Lamellenstruktur vorliegt. Grundsätzlich günstig ist es aber, wenn zumindest überwiegend, also mehr als 50 Vol.-% der $Al_{1-x}Ti_xN$ -Beschichtungslage, mit der präferenzierten Lamellenstruktur ausgebildet sind. Eine entsprechende Überprüfung kann ohne Weiteres mit bildgebenden Verfahren in einem Querschnitt ermittelt werden. Eine
15 möglichst feine Ausbildung der Lamellenstruktur ist grundsätzlich bevorzugt. Beispielsweise können die Lamellen mit einer Dicke 15 nm bis 75 nm, insbesondere etwa 20 nm bis 65 nm, ausgebildet sein.

Grundsätzlich können beliebige Objekte mit einer $Al_{1-x}Ti_xN$ -Beschichtungslage beschichtet
20 werden. Für diverse Anwendungen ist es aber ein Vorteil, wenn ein Objekt bzw. Körper aus einem Hartmetall unmittelbar oder mittelbar beschichtet wird. Insbesondere für Werkzeuge, welche bei hohen Temperaturen an Luft eingesetzt werden und damit neben den hohen Temperaturen auch einer oxidativen Belastung unterliegen, erweisen sich Hartmetalle als resistent. Dies betrifft insbesondere Werkzeuge wie Schneidplatten für
25 Dreh-, Bohr- und/oder Fräsoperationen.

Wenngleich ein erfindungsgemäßes Verfahren so gestaltet wird, dass mit Vorteil ein Objekt aus einem Hartmetall beschichtet wird, können wie erwähnt auch andere Objekte beschichtet werden, welche im Einsatz einem abrasiven, thermischen und/oder oxidativen
30 Verschleiß unterliegen. Lediglich beispielsweise sind hierfür Umformwerkzeuge, Stanzwerkzeuge, Walzen oder andere Werkzeuge zur formgebenden Bearbeitung genannt.

Das weitere Ziel der Erfindung wird erreicht, wenn bei einem beschichteten Körper der eingangs genannten Art die $Al_{1-x}Ti_xN$ -Beschichtungslage Schwefel aufweist. Dabei kann der beschichtete Körper insbesondere nach einem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellt sein bzw. findet das erfindungsgemäße Verfahren hierfür Anwendung.

- 5 Ein erfindungsgemäßer Körper weist insbesondere den Vorteil auf, dass dieser mit einem vergleichsweise hohen Aluminiumgehalt, unter Beibehaltung einer zumindest überwiegenden kubischen Struktur innerhalb der $Al_{1-x}Ti_xN$ -Beschichtungslage, ausgebildet werden kann. Ein entsprechend beschichteter Körper kann daher mit Vorteil insbesondere für Operationen oder Bearbeitungsschritte eingesetzt werden, die mit einer hohen
10 thermischen und oxidativen Belastung des Körpers, üblicherweise ein Werkzeug wie eine Schneidplatte oder ein anderes Schneidelement, einhergehen.

- Aufgrund der bevorzugten Ausbildung mit einer kubischen Struktur der $Al_{1-x}Ti_xN$ -Beschichtungslage, zumindest überwiegend, vorteilhafterweise mehr als 70 Vol.-%, insbesondere mehr als 85 Vol.-%, ergibt sich in der Regel auch ein geringer
15 Volumenanteil von hexagonalem AlN. Mit Vorteil ist ein Volumenanteil von hexagonalem AlN von weniger als 20 Vol.-%, vorzugsweise weniger als 10 Vol.-%, insbesondere weniger als 5 Vol.-%, vorgesehen. Dabei kann das hexagonale AlN entweder in der Lamellenstruktur, dort als Abschnitt mit hexagonalem AlN, das eine teilweise Substitution
20 des Aluminiums durch Titan aufweist oder aufweisen kann, oder als neben den Lamellen gesondertes AlN vorliegen, wobei auch in letzterem Fall das Aluminium teilweise durch Titan substituiert sein kann.

- Ein Anteil von Schwefel in der $Al_{1-x}Ti_xN$ -Beschichtungslage beträgt in der Regel weniger
25 als 5 Atomprozent (im Folgenden kurz: at-%), vorzugsweise weniger als 4 at-%, insbesondere weniger als 3 at-%. Schwefel gelangt durch den Herstellprozess, insbesondere nach einem erfindungsgemäßen Verfahren, in die $Al_{1-x}Ti_xN$ -Beschichtungslage und ist verfahrenstechnisch zur Erzielung einer vorteilhaften Struktur bzw. Ausbildung der $Al_{1-x}Ti_xN$ -Beschichtungslage vorgesehen. Grundsätzlich wird nicht
30 davon ausgegangen, dass Schwefel in der $Al_{1-x}Ti_xN$ -Beschichtungslage selbst eine funktionale Aufgabe übernimmt, sondern im Vorfeld bei der Abscheidung der $Al_{1-x}Ti_xN$ -Beschichtungslage durch CVD. Daher scheint es zweckmäßig, dass Schwefel lediglich in Gehalten vorliegt, die im vorhergehenden Schritt der Abscheidung erforderlich sind, um eine gewünschte Struktur zu erhalten. Mit Vorteil wird der Schwefelanteil daher so gering

wie möglich gehalten. Ein gewisser Mindestgehalt ergibt sich allerdings aus der vorgesehenen Verfahrensführung, welche eine Ausbildung von Lamellenstruktur mit abwechselnd kubischen Lamellenabschnitten unterschiedlicher Zusammensetzung bis hin zu höheren Aluminiumgehalten als bisher erlaubt.

- 5 Bevorzugt ist vorgesehen, dass die $Al_{1-x}Ti_xN$ -Beschichtungslage zumindest teilweise mit Bereichen aus Lamellen ausgebildet ist, wobei die Lamellen vorzugsweise eine durchschnittliche Größe, bestimmt nach Debye-Scherrer, von weniger als 150 nm, vorzugsweise weniger als 100 nm, insbesondere weniger als 80 nm aufweisen. Wie vorstehend dargelegt, ist eine möglichst dünne Ausbildung der Lamellen im Hinblick auf
- 10 gute Einseitzigenschaften, insbesondere bei einer spanabhebenden Bearbeitung zweckmäßig.

- Bei einem entsprechend beschichteten Objekt kann ein Aluminiumanteil, bezogen auf eine durchschnittliche Zusammensetzung $Al_{1-x}Ti_xN$ der $Al_{1-x}Ti_xN$ -Beschichtungslage relativ
- 15 hoch sein und liegt bevorzugt im Bereich von $X = 0,85$ bis $0,99$, vorzugsweise im Bereich von $0,885$ bis $0,975$, insbesondere im Bereich von $0,89$ bis $0,95$.

- Weitere Merkmale, Vorteile und Wirkungen der Erfindung ergeben sich aus dem nachfolgend dargestellten Ausführungsbeispiel. In den Zeichnungen, auf welche dabei
- 20 Bezug genommen wird, zeigen:

- Fig. 1 eine schematische Darstellung einer beschichteten Schneidplatte;
 Fig. 2 eine rasterelektronenmikroskopische Aufnahme eines beschichteten Hartmetallkörpers;
 25 Fig. 3 eine weitere rasterelektronenmikroskopische Aufnahme eines beschichteten Hartmetallkörpers;
 Fig. 4 eine rasterelektronenmikroskopische Aufnahme eines beschichteten Hartmetallkörpers mit einer $Al_{1-x}Ti_xN$ -Beschichtungslage mit unterschiedlichen Anteilen an Schwefel;
 30 Fig. 5 eine bildliche Darstellung von Reflexen in einem Röntgendiffraktogramm in Abhängigkeit einer H_2S -Konzentration bei einer Abscheidung einer Beschichtungslage gemäß Fig. 4 sowie die zugehörige Domänengröße nach Debye-Scherrer;
 Fig. 6 ein Röntgendiffraktogramm;

Fig. 7 eine weitere rasterelektronenmikroskopische Aufnahme mit eingezeichneten Positionen für Spektren;

Fig. 8 Diagramme zu Sauerstoffgehalten sowie Schwefelgehalten an den Fig. 7 eingezeichneten Spektrenpositionen.

5

In Fig. 1 ist ein Körper 1 bzw. Objekt exemplarisch dargestellt. Das Objekt ist ein Schneidelement, kann aber auch ein anderer Körper 1 sein. Der Körper 1, der lediglich in einem Ausschnitt dargestellt ist, umfasst einen Grundkörper 2. Der Grundkörper 2 ist in der Regel aus einem Hartmetall gebildet. Das Hartmetall kann beispielsweise ein Hartmetall auf Basis Wolframcarbid als Hartstoff sein, wobei das Wolframcarbid teilweise durch Titancarbid ersetzt sein kann. Darüber hinaus ist ein Bindemetall vorgesehen, üblicherweise Cobalt, wenngleich auch Nickel und/oder Eisen, gegebenenfalls in Kombination mit einem der weiteren Bindemetalle, zum Beispiel Cobalt und Eisen, oder alle diese Metalle, vorgesehen sein können. Typischerweise beträgt ein Anteil an Hartstoff, beispielsweise wie erwähnt Wolframcarbid, 85 % bis 95 %. Der Rest ist im Wesentlichen aus dem Bindemetall gebildet.

10

15

20

25

30

Der Grundkörper 2 ist mit einer mehrlagigen Beschichtung versehen, wobei eine erste Beschichtungslage 3 aus Titannitrid (TiN) gebildet ist. Die TiN-Beschichtungslage dient als Anbindungslage. Die Anbindungslage weist in der Regel eine Schichtdicke von nicht mehr als 2 µm auf. Auf der Anbindungslage aus TiN ist eine weitere Beschichtungslage 4 aus MT-TiCN abgeschieden. Diese Beschichtungslage kann beispielsweise eine Dicke von 2 µm bis 7 µm aufweisen, ist aber lediglich optional. Schließlich ist eine noch weitere Beschichtungslage 5 auf der MT-TiCN-Beschichtungslage abgeschieden. Diese weitere Beschichtungslage 5 ist aus $Al_{1-x}Ti_xN$ -Beschichtungslagen gebildet. Diese weitere Beschichtungslage 5 kann, wie dargestellt, die äußerste Beschichtungslage darstellen, was jedoch nicht zwingend ist. Möglich ist es auch, dass auf dieser weiteren Beschichtungslage 5 noch zumindest eine weitere Beschichtungslage außenseitig abgeschieden ist.

Für die Herstellung der $Al_{1-x}Ti_xN$ -Beschichtungslage wird zunächst der Grundkörper 2 bereitgestellt und dann die Anbindungslage aus TiN abgeschieden, wonach die weitere Beschichtungslage 4 aus MT-TiCN, sofern vorgesehen, bei abgesenkter Temperatur aufgebracht wird. Schließlich wird die Beschichtungslage aus $Al_{1-x}Ti_xN$ bei nochmals

abgesenkter Temperatur abgeschieden. Alle Beschichtungslagen werden, auch wenn noch weitere vorgesehen sein sollten, im CVD-Verfahren abgeschieden, sodass alle Beschichtungslagen in einem Reaktor durch bloße Temperaturabsenkung und Wechsel des Prozessgases in einem Zug erstellt werden können.

5

Bei der Herstellung der $Al_{1-x}Ti_xN$ -Beschichtungslage werden zwei Reaktionsgase gesondert in den Reaktor zugeführt und dort in der Reaktionszone reagieren gelassen.

Dies kann erreicht werden, wenn beispielsweise getrennte Zuführungsrohre mit entsprechenden Auslässen in den Reaktor münden. Ein erstes Gemisch eines

10 Reaktionsgases besteht dabei aus Stickstoff, Wasserstoff, Titan-tetrachlorid, Aluminiumtrichlorid und Schwefelwasserstoff. Das Titan-tetrachlorid wird dabei auf Basis von flüssigem Titan-tetrachlorid bereitgestellt. Das Aluminiumtrichlorid wird für die Reaktion in situ erzeugt, indem Salzsäure über Aluminiumpellets geleitet wird. Das zweite
15 in die Reaktionszone geführt, ehe es dort mit dem ersten Gemisch zur Reaktion gelangen kann, wobei sich die $Al_{1-x}Ti_xN$ -Beschichtungslage bildet.

In der nachstehenden Tabelle 1 sind typische Reaktionsbedingungen dargestellt. Sofern keine MT-TiCN-Beschichtungslage oder andere Zwischenlage vorgesehen ist, was für ein
20 möglichst einfaches Beschichtungssystem von Vorteil ist, ist nur die TiN-Anbindungslage vorgesehen.

Tabelle 1: Typische Reaktionsbedingungen für eine $Al_{1-x}Ti_xN$ -Beschichtungslage (für H_2S siehe Tabelle 3 im Detail)

	Temperatur (°C)	Gaszusammensetzung/Gasfluss (l/min) bzw. $TiCl_4$ und CH_3CN (ml/min)
Beschichtungslage		
TiN	880 – 900	$TiCl_4/2,7$, $N_2/14$, $H_2/17$
MT-TiCN	830 – 870	$CH_3CN/0,5$, $TiCl_4/2,7$, $N_2/19$, $H_2/3$
AlTiN	800 – 830	$HCl-AlCl_3/2,7-0,9$, $TiCl_4/0,3$, $NH_3-N_2/0,9-4,5$, $H_2/64$, H_2S variabel

25

In der nachstehenden Tabelle 2 sind exemplarisch allgemeine Parameter entsprechend abgeschiedener Beschichtungslagen dargestellt.

Tabelle 2: Allgemeine Parameter der Beschichtungslagen

Beschichtungslage	Schichtdicke (μm)		Zusammensetzung
	allgemein	bevorzugt	
TiN	≤ 2	0,25 – 0,75	TiN
MT-TiCN	1 – 10	2 – 5	$\text{TiC}_a\text{N}_{1-a}$, $a = 0,4 - 0,6$
AlTiN	1 – 10	3 – 8	$\text{Al}_x\text{Ti}_{1-x}\text{N}$, $x = 0,80 - 0,99$

5

Um einen Einfluss von Schwefelwasserstoff bei der Abscheidung von $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslagen entsprechend den vorstehenden Ausführungen zu untersuchen, wurde eine $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslage mit variierendem Gehalt von Schwefelwasserstoff während der Abscheidung erzeugt. In der nachstehenden Tabelle 3 sind entsprechende Reaktionsbedingungen im Detail angeführt, wobei eine TiAlN-Beschichtungslage als Anbindungslage vorgesehen ist.

10

Tabelle 3: Reaktionsbedingungen für die Abscheidung von $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslagen unter Anwesenheit von Schwefelwasserstoff

15

		TiN	AlTiN	AlTiN
Chargentemperatur	[°C]	890	800	800
AlCl_3 -Temperatur Generator	[°C]	365	365	365
AlCl_3 -Fluss	[l/min]	0	1,2	1,2
H_2S -Fluss	[ml/min]	0	0	10*
HCl-Fluss	[l/min]	0	0,35	0,35
N_2 -Fluss	[l/min]	14	5,5	5,5
H_2 -Fluss	[l/min]	17	61	61
TiCl_4 -Fluss	[ml/min]	2,2	0,7	0,7
NH_3 -Fluss	[l/min]	0	1	1
Druck	[mbar]	160	23	23

* Der H_2S -Bypass wird anschließend in Stufen jeweils um 10 ml/min bis schließlich 100 ml/min erhöht, sodass sich eine Gradientenschicht ergibt.

In Fig. 2 ist eine rasterelektronenmikroskopische Aufnahme gezeigt, in welcher eine entsprechende Beschichtungslage auf einem Hartmetallkörper ersichtlich ist. Die Beschichtungslage wurde unter Präsenz von Schwefelwasserstoff mit variierendem Gehalt abgeschieden, wie zu Tabelle 3 angemerkt.

5

In Fig. 3 ist eine entsprechend erstellte $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslage rasterelektronenmikroskopisch vergrößert dargestellt. Die $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslage weist Lamellen auf, die eine Lamellendicke (Summe der Abschnitte aus jeweils einem aluminiumreicheren Abschnitt und einem titanreicheren Abschnitt) von weniger als

10 100 nm aufweist, wie dies von entsprechenden Beschichtungslagen bekannt ist. In Fig. 4 ist dies nochmals vergrößert dargestellt und ersichtlich.

Fig. 5 zeigt eine bildliche Darstellung von Reflexen in einem Röntgendiffraktogramm in Abhängigkeit einer H_2S -Konzentration bei einer Abscheidung einer Beschichtungslage gemäß Fig. 4 sowie die zugehörige Domänengröße nach Debye-Scherrer. Wie ersichtlich
15 ist, werden mit zunehmender H_2S -Konzentration die typischen kubischen Reflexe stärker, was indiziert, dass durch zunehmende H_2S -Konzentration die kubischen Phasen stabilisiert werden. Die Domänengröße zeigt eine gewisse Fluktuation, es lässt sich allerdings feststellen, dass die Lamellengröße im Bereich von etwa 20 nm bis 60 nm
20 verläuft. Festgestellt werden kann, dass die Anwesenheit von H_2S die Ausbildung kubischer Phasen, also Lamellen mit abwechselnd kubischen Abschnitten höherer Aluminiumkonzentration und kubischen Abschnitten höherer Titankonzentration, begünstigt. Dies wiederum eröffnet die Möglichkeit, entsprechende Beschichtungslagen mit höheren Aluminiumgehalten zu erstellen, weil einem Umklappen in die hexagonale
25 AlN -Struktur entgegengewirkt wird. Die Ausbildung einer entsprechend kubischen Struktur wird im Röntgendiffraktogramm bestätigt, wie dies in Fig. 6 gezeigt ist.

Die Schwefelgehalte in der $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslage sind relativ gering und liegen, wie in Fig. 7 in Zusammenschau mit Fig. 8 ersichtlich ist, unterhalb einer
30 Sauerstoffkonzentration in der $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslage. In Fig. 7 ist eine entsprechende Beschichtungslage ersichtlich, wobei verschiedene Messpositionen für Spektren eingetragen sind und wobei die Messpositionen mit ansteigendem H_2S -Gehalt in dem ersten Reaktionsgemisch einhergehen. Wie in Fig. 8 ersichtlich ist, steigt mit zunehmender H_2S -Konzentration auch ein Gehalt an Aluminium in der erstellten $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -

Beschichtungslage. Der Gehalt an Schwefel bleibt innerhalb der statistischen Signifikanz innerhalb einer vorgegebenen Bandbreite.

- 5 Schneidplatten mit einem Beschichtungssystem gemäß Fig. 1 bzw. wie vorstehend dargestellt wurden unter Präsenz von Schwefelwasserstoff während der Abscheidung der $Al_{1-x}Ti_xN$ -Beschichtungslage hergestellt und mit analogen, jedoch ohne Präsenz von Schwefelwasserstoff während der Abscheidung hergestellten beschichteten Schneidplatten verglichen. In der nachstehenden Tabelle 4 sind entsprechende Zerspanungsergebnisse dargestellt.

10

Tabelle 4: Zerspanungsergebnisse

Schneidplatte	KV /K Faktor	Verschleiß V _b bei cm³								
	mm	250	500	750	1000	1250	1500	1750	2000	Gesamt
Erfindung 1	0,0296/1,047	0,070	0,079	0,086	0,108	0,121	0,156			1500
			0,095		0,102	0,102	0,102	0,105	0,105	
Erfindung 2	0,0337/1,209	0,073	0,079	0,092	0,124	0,137	0,163			1500
			0,099		0,105		0,121		0,134	
Vergleich 1	0,0424/1,167	0,029	0,048	0,086	0,089	0,092	0,096	0,099	0,105	
	0,0432/1,189		0,076		0,077		0,083		0,093	
Vergleich 2	0,0457/1,093	0,048	0,060	0,067	0,095	0,102	0,111	0,111	0,111	
	0,0522/1,010		0,070		0,083		0,083		0,102	

- Wie ersichtlich ist, können in den ohnedies bereits ausgezeichnet arbeitenden Beschichtungssystemen mit einer äußeren $Al_{1-x}Ti_xN$ -Beschichtungslage noch zusätzliche Verbesserungen erreicht werden, wenn die Abscheidung der $Al_{1-x}Ti_xN$ -Beschichtungslage unter Präsenz von Schwefelwasserstoff erfolgt.
- 15

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung einer Beschichtung auf einem Objekt, insbesondere einem Schneideinsatz wie einer Schneidplatte für spanabhebende Bearbeitungsvorgänge,
 5 wobei eine Beschichtung mit einer oder mehreren Beschichtungslagen auf das Objekt aufgebracht wird, wobei zumindest eine $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslage mit einem CVD-Verfahren abgeschieden wird, wobei Stickstoff in der $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslage teilweise substituiert sein kann, dadurch gekennzeichnet, dass die $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslage in Anwesenheit eines schwefelhaltigen Gases abgeschieden wird.
 10
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass Schwefelwasserstoff als schwefelhaltiges Gas eingesetzt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -
 15 Beschichtungslage mit einem Volumenanteil von hexagonalem AlN von weniger als 20 Vol.-%, vorzugsweise weniger als 10 Vol.-%, insbesondere weniger als 5 Vol.-%, abgeschieden wird.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass ein
 20 Anteil von Schwefel in der $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslage weniger als 5 at.-%, vorzugsweise weniger als 4 at.-%, insbesondere weniger als 3 at.-%, beträgt.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslage als äußerste Beschichtungslage abgeschieden wird.
 25
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass unterhalb der $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslage eine oder mehrere Beschichtungslagen abgeschieden werden, wobei vorzugsweise alle Beschichtungslagen mit einem CVD-Verfahren abgeschieden sind.
 30
7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass die $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslage bei einer Temperatur von 800 °C bis 850 °C, vorzugsweise 810 °C bis 830 °C, abgeschieden wird.

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass die $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslage aus einem ersten Gemisch von Stickstoff, Wasserstoff, Titan-tetrachlorid, Aluminiumtrichlorid sowie Schwefelwasserstoff und einem zweiten Gemisch von Stickstoff und Ammoniak abgeschieden wird.

5

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass die $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslage zumindest teilweise mit Bereichen aus Lamellen hergestellt wird, wobei die Lamellen vorzugsweise eine durchschnittliche Größe, bestimmt nach Debye-Scherrer, von weniger als 150 nm, vorzugsweise weniger als 100 nm,

10 insbesondere weniger als 80 nm aufweisen.

10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass ein Objekt aus einem Hartmetall beschichtet wird.

15 11. Beschichteter Körper mit einer Beschichtung, die zumindest eine mit einem CVD-Verfahren abgeschiedene $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslage aufweist, wobei Stickstoff in der $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslage teilweise substituiert sein kann, dadurch gekennzeichnet, dass die $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslage Schwefel aufweist.

20 12. Beschichteter Körper nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, dass die $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslage mit einem Volumenanteil von hexagonalem AlN von weniger als 20 Vol.-%, vorzugsweise weniger als 10 Vol.-%, insbesondere weniger als 5 Vol.-%, ausgebildet ist.

25 13. Beschichteter Körper nach Anspruch 11 oder 12, dadurch gekennzeichnet, dass ein Anteil von Schwefel in der $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslage weniger als 5 at.-%, vorzugsweise weniger als 4 at.-%, insbesondere weniger als 3 at.-%, beträgt.

30 14. Beschichteter Körper nach einem der Ansprüche 11 bis 13, dadurch gekennzeichnet, dass $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslage zumindest teilweise mit Bereichen aus Lamellen ausgebildet ist, wobei die Lamellen vorzugsweise eine durchschnittliche Größe, bestimmt nach Debye-Scherrer, von weniger als 150 nm, vorzugsweise weniger als 100 nm, insbesondere weniger als 80 nm aufweisen.

15. Beschichteter Körper nach einem der Ansprüche 11 bis 14, dadurch gekennzeichnet, dass x im Bereich von 0,85 bis 0,99 liegt.

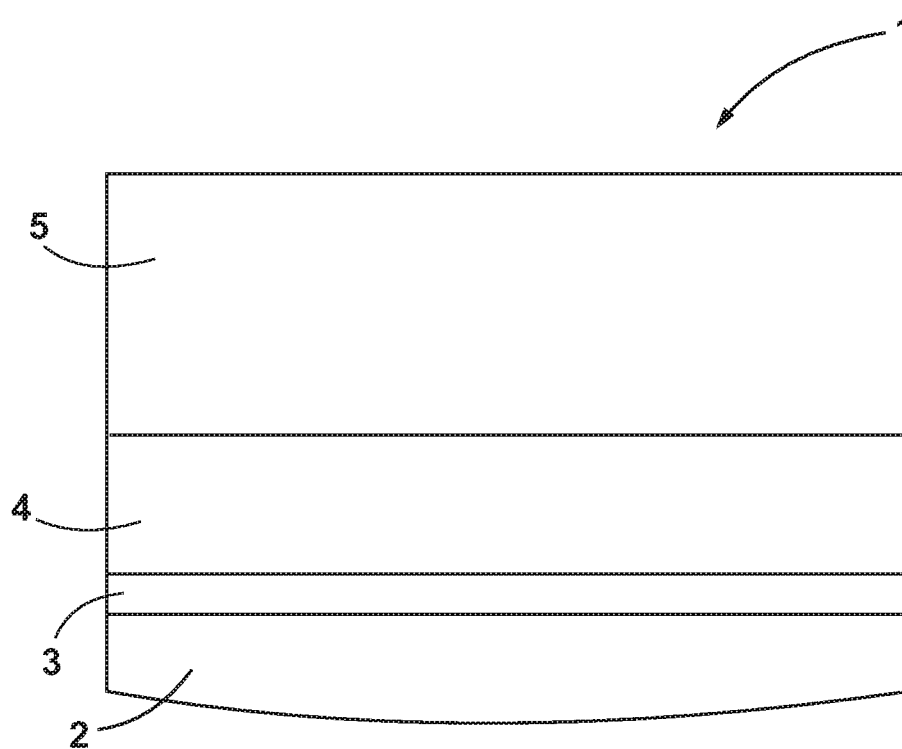


Fig. 1

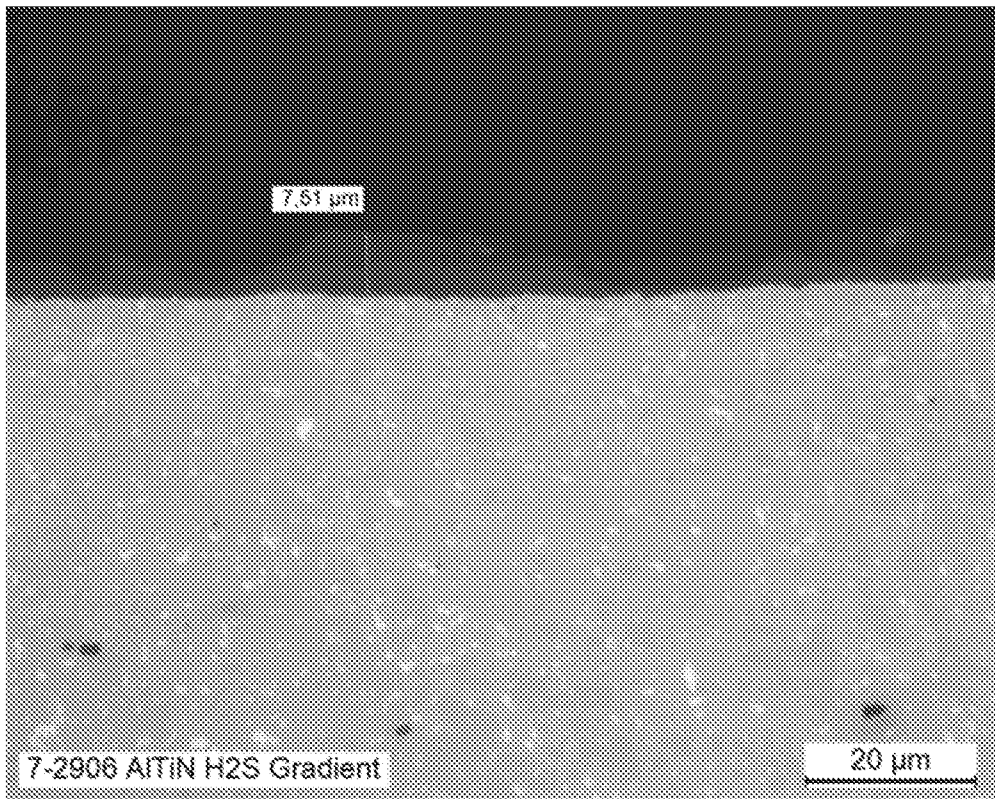


Fig. 2

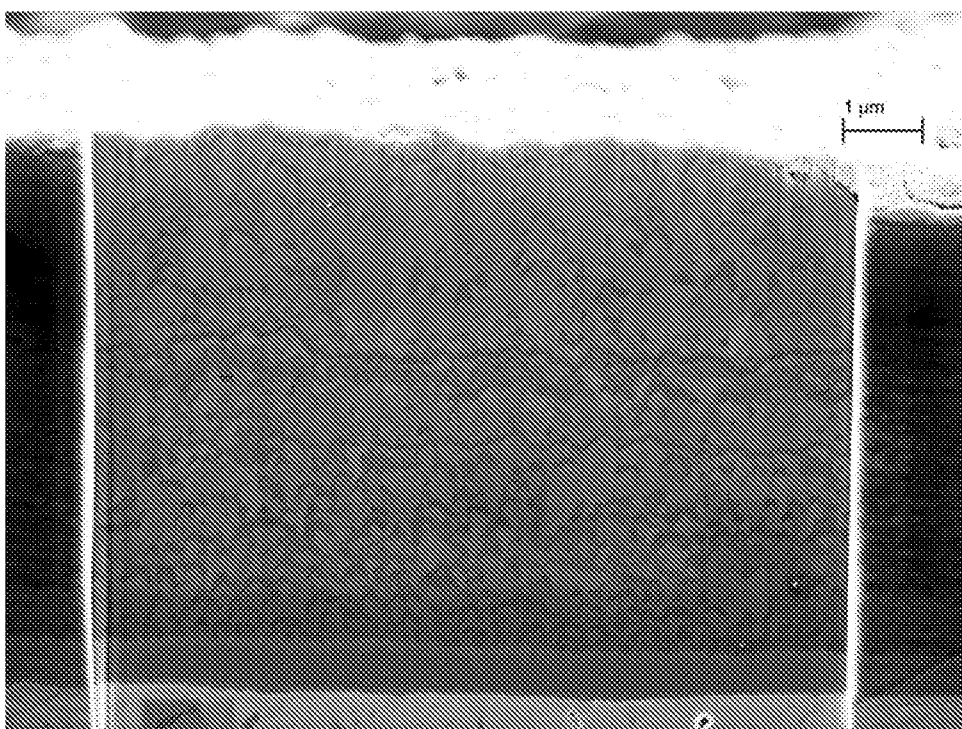
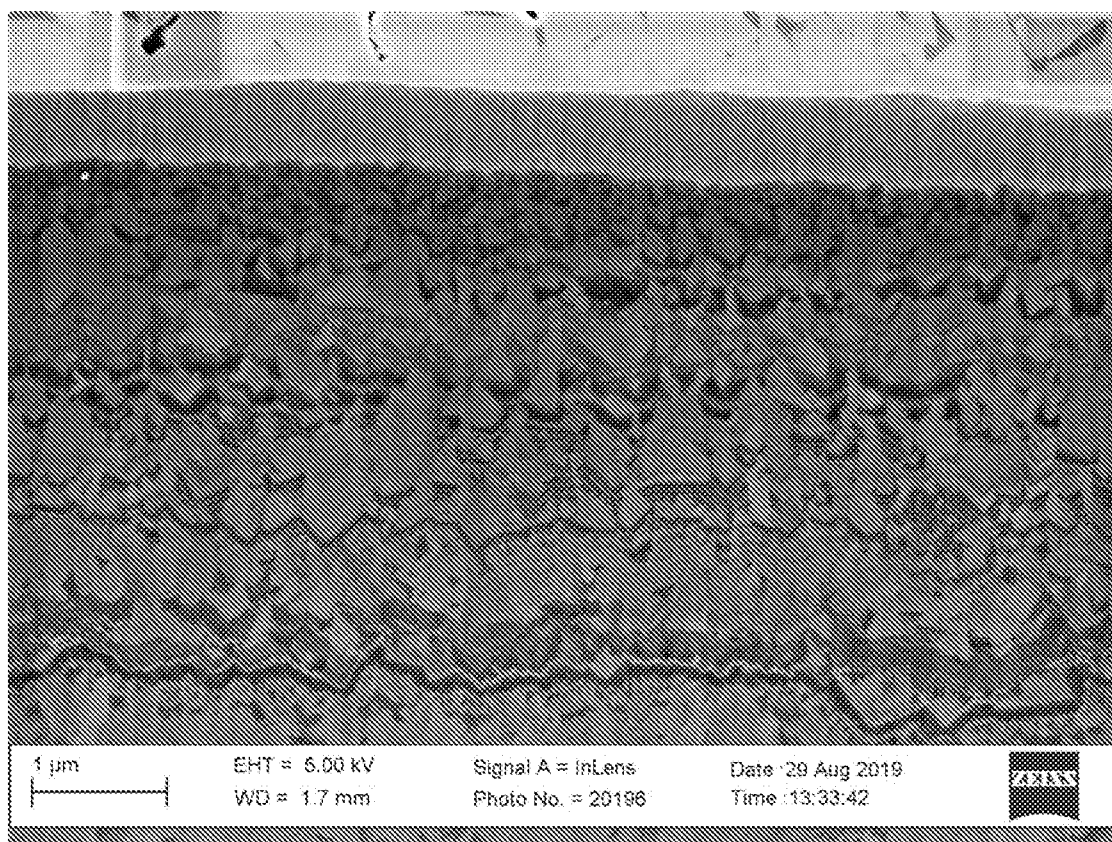
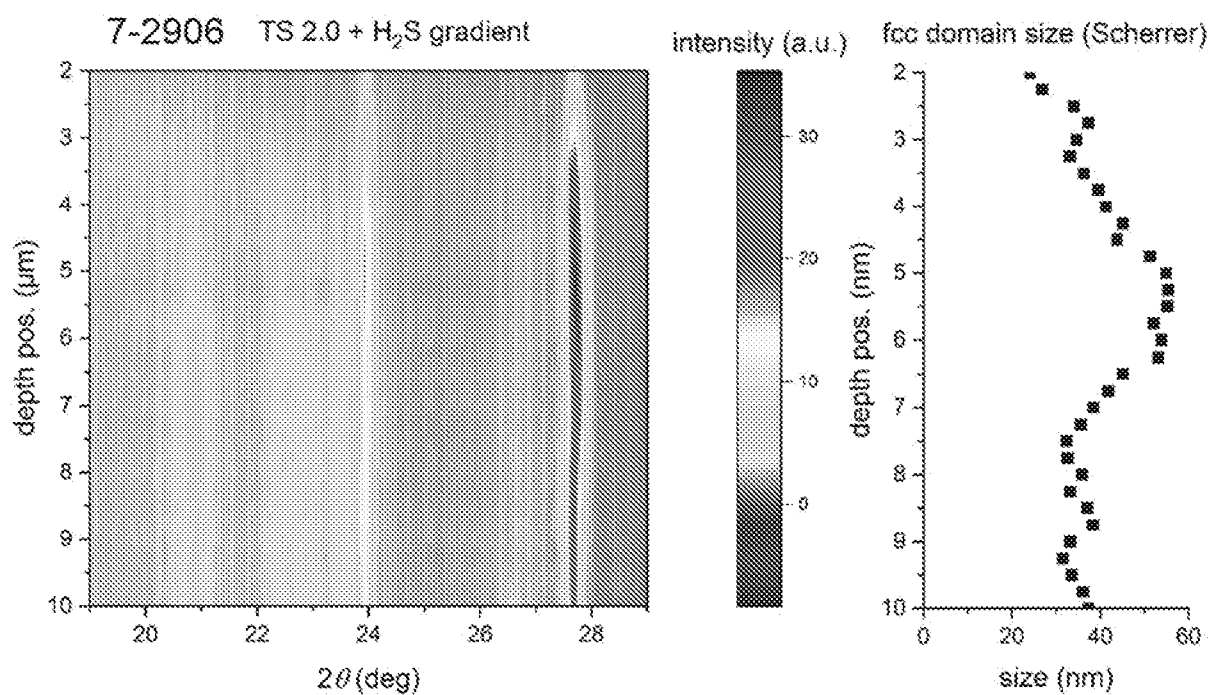


Fig. 3

**Fig. 4****Fig. 5**

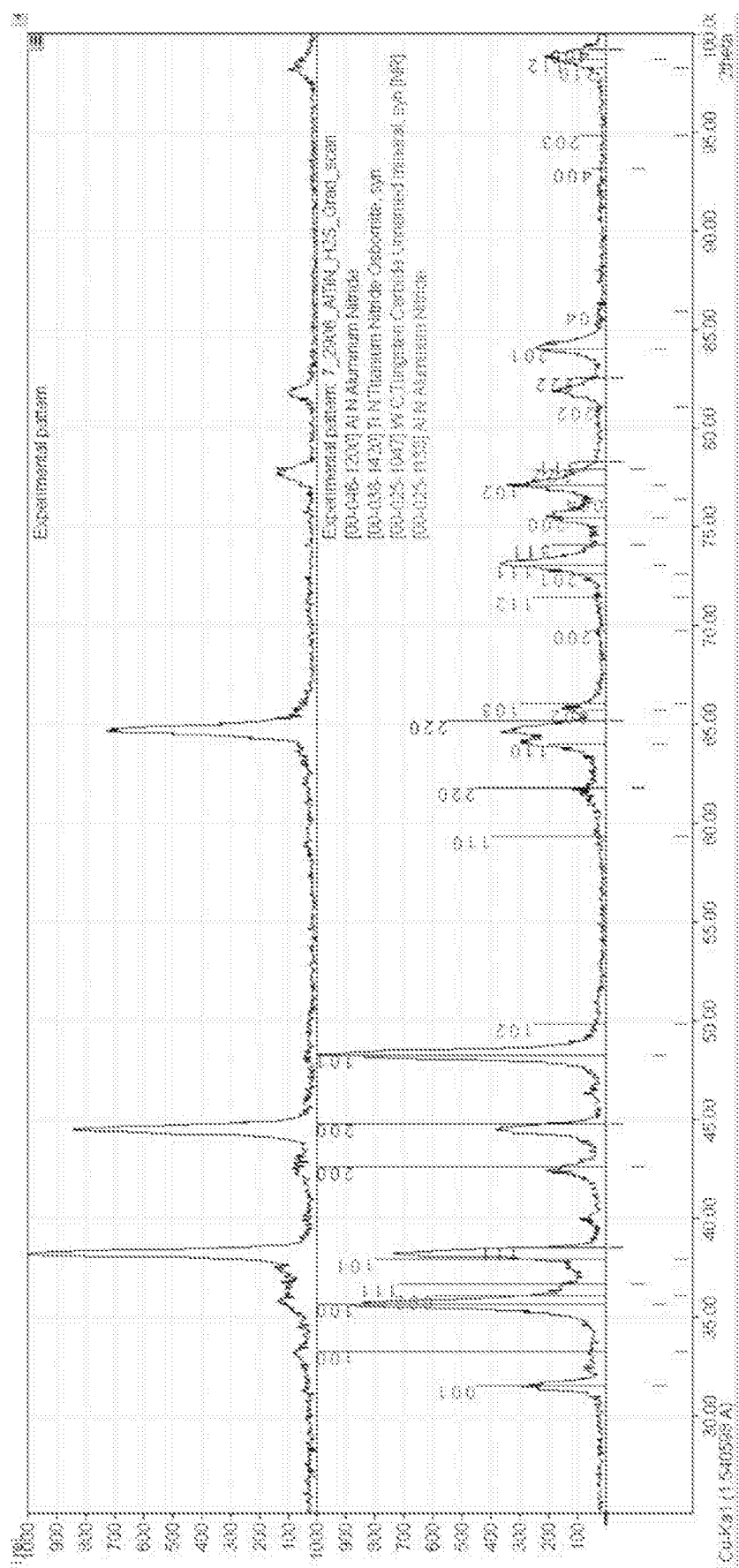


Fig. 6

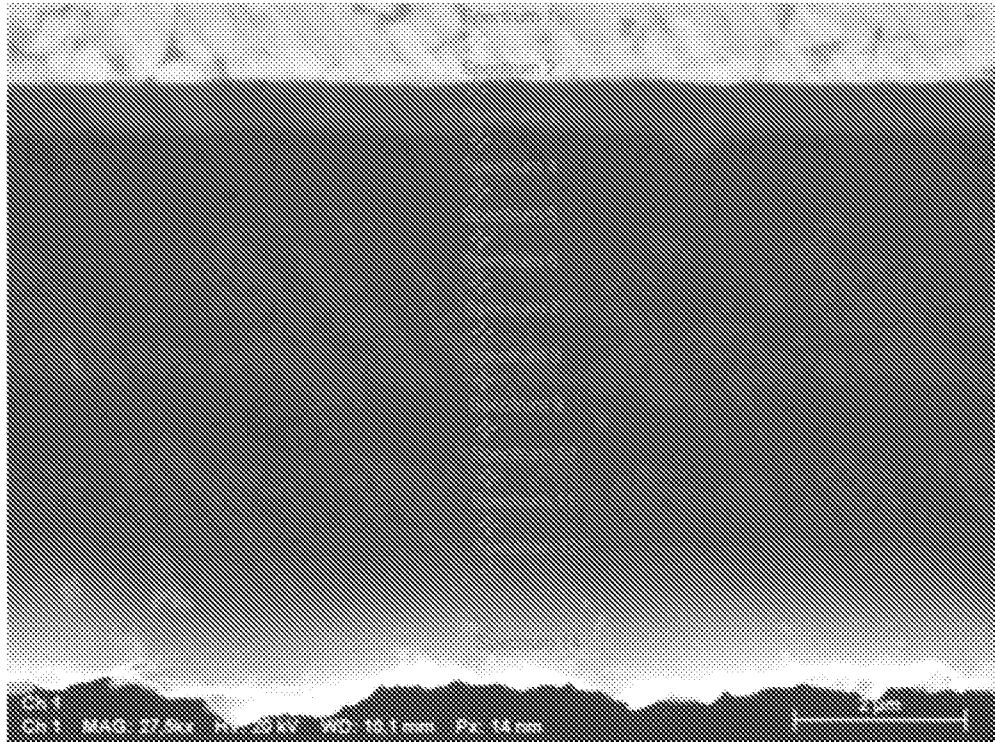


Fig. 7

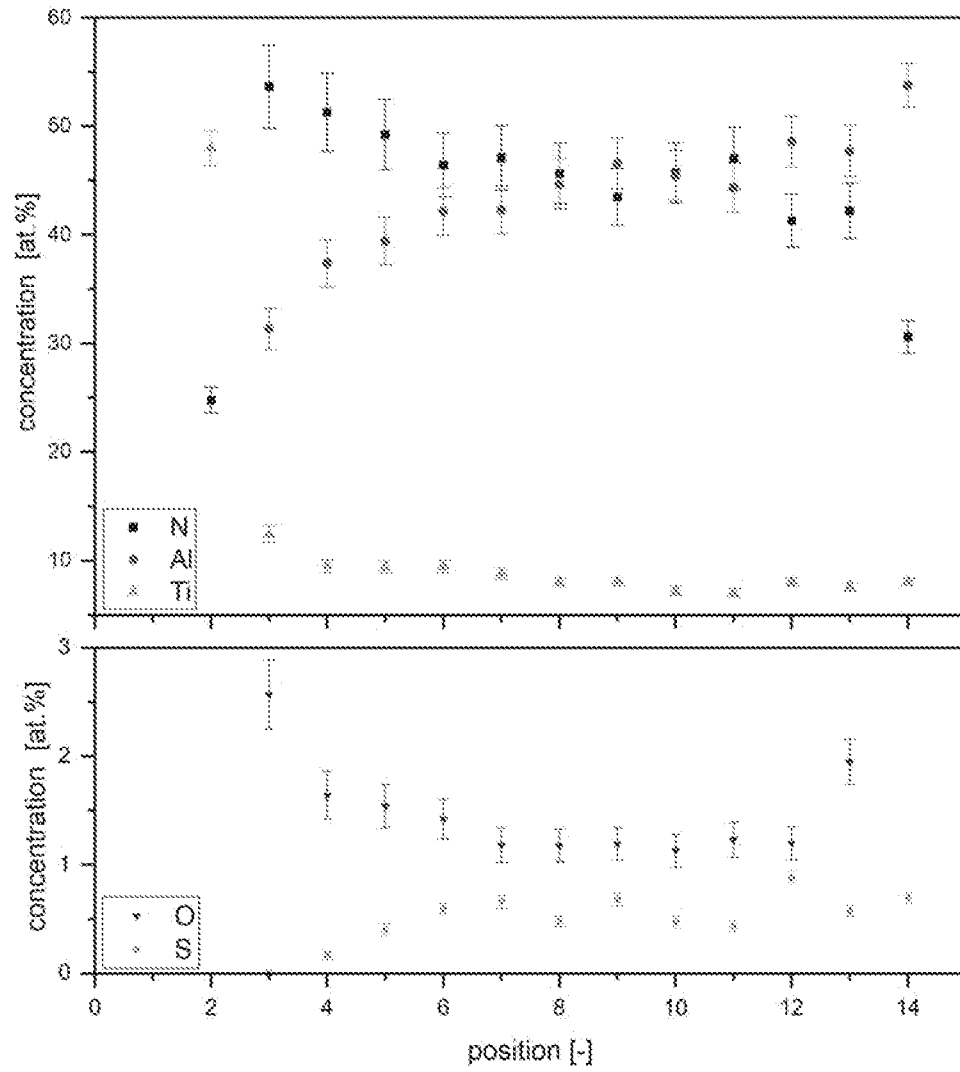


Fig. 8

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung einer Beschichtung auf einem Objekt, insbesondere einem Schneideinsatz wie einer Schneidplatte für spanabhebende Bearbeitungsvorgänge,
 5 wobei eine Beschichtung mit einer oder mehreren Beschichtungslagen auf das Objekt aufgebracht wird, wobei zumindest eine $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslage mit einem CVD-Verfahren abgeschieden wird, wobei Stickstoff in der $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslage teilweise substituiert sein kann, dadurch gekennzeichnet, dass die $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslage in Anwesenheit eines schwefelhaltigen Gases abgeschieden wird.
- 10 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass Schwefelwasserstoff als schwefelhaltiges Gas eingesetzt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -
 15 Beschichtungslage mit einem Volumenanteil von hexagonalem AlN von weniger als 20 Vol.-%, vorzugsweise weniger als 10 Vol.-%, insbesondere weniger als 5 Vol.-%, abgeschieden wird.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass die
 20 $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslage mit einem Anteil von Schwefel von weniger als 5 at.-%, vorzugsweise weniger als 4 at.-%, insbesondere weniger als 3 at.-%, erstellt wird.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslage als äußerste Beschichtungslage abgeschieden wird.
- 25 6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass unterhalb der $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslage eine oder mehrere Beschichtungslagen abgeschieden werden, wobei vorzugsweise alle Beschichtungslagen mit einem CVD-Verfahren abgeschieden sind.
- 30 7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass die $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslage bei einer Temperatur von 800 °C bis 850 °C, vorzugsweise 810 °C bis 830 °C, abgeschieden wird.

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass die $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslage aus einem ersten Gemisch von Stickstoff, Wasserstoff, Titan-tetrachlorid, Aluminiumtrichlorid sowie Schwefelwasserstoff und einem zweiten Gemisch von Stickstoff und Ammoniak abgeschieden wird.

5

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass die $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslage zumindest teilweise mit Bereichen aus Lamellen hergestellt wird, wobei die Lamellen vorzugsweise eine durchschnittliche Größe, bestimmt nach Debye-Scherrer, von weniger als 150 nm, vorzugsweise weniger als 100 nm,

10 insbesondere weniger als 80 nm aufweisen.

10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass ein Objekt aus einem Hartmetall beschichtet wird.

15 11. Beschichteter Körper mit einer Beschichtung, die zumindest eine mit einem CVD-Verfahren abgeschiedene $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslage aufweist, wobei Stickstoff in der $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslage teilweise substituiert sein kann, dadurch gekennzeichnet, dass die $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslage Schwefel aufweist.

20 12. Beschichteter Körper nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, dass die $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslage mit einem Volumenanteil von hexagonalem AlN von weniger als 20 Vol.-%, vorzugsweise weniger als 10 Vol.-%, insbesondere weniger als 5 Vol.-%, ausgebildet ist.

25 13. Beschichteter Körper nach Anspruch 11 oder 12, dadurch gekennzeichnet, dass ein Anteil von Schwefel in der $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslage weniger als 5 at.-%, vorzugsweise weniger als 4 at.-%, insbesondere weniger als 3 at.-%, beträgt.

30 14. Beschichteter Körper nach einem der Ansprüche 11 bis 13, dadurch gekennzeichnet, dass $\text{Al}_{1-x}\text{Ti}_x\text{N}$ -Beschichtungslage zumindest teilweise mit Bereichen aus Lamellen ausgebildet ist, wobei die Lamellen vorzugsweise eine durchschnittliche Größe, bestimmt nach Debye-Scherrer, von weniger als 150 nm, vorzugsweise weniger als 100 nm, insbesondere weniger als 80 nm aufweisen.

15. Beschichteter Körper nach einem der Ansprüche 11 bis 14, dadurch gekennzeichnet, dass x im Bereich von 0,85 bis 0,99 liegt.