(19)国家知识产权局

(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 117580974 A
(43)申请公布日 2024.02.20

(21)申请号 202280045822.4
(22)申请日 2022.06.30
(30)优先权数据
21183417.1 2021.07.02 EP
(85)PCT国际申请进入国家阶段日
2023.12.27
(86)PCT国际申请的申请数据
PCT/EP2022/068049 2022.06.30
(87)PCT国际申请的公布数据
WO2023/275237 EN 2023.01.05
(71)申请人 瓦尔特公开股份有限公司
地址 德国蒂宾根
(72)发明人 托斯滕·曼斯 韦贝克·詹森
(74)专利代理机构 中原信达知识产权代理有限责任公司 11219
专利代理师 杨海荣 曲盛
(51)Int.Cl.
C23C 28/00(2006.01)

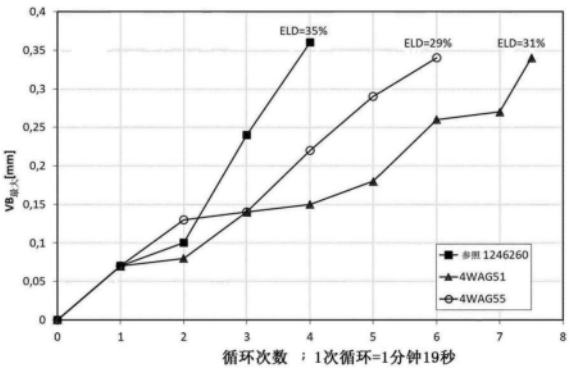
权利要求书3页 说明书15页 附图4页

(54)发明名称

经涂覆的切削工具

(57)摘要

本发明涉及一种由基体和多层耐磨硬质涂层组成的经涂覆的切削工具及其制造方法,所述硬质涂层的层通过化学气相沉积(CVD)来沉积并且包含:TiCN层,所述TiCN层具有交替的C型和N型子层的多子层结构以及以织构系数TC(422)在3.0至5.5范围内为特征的整体纤维织构;含氧的Ti或Ti+Al化合物结合层;以及在所述结合层上方的α-Al_2O_3层,所述α-Al_2O_3层具有以织构系数TC(0012)>5为特征的整体纤维织构。



CN 117580974 A

1.一种用于切屑形成型金属加工的经涂覆的切削工具,由基体和多层耐磨硬质涂层组成,所述多层耐磨硬质涂层包含:

a)TiCN层,所述TiCN层具有2μm至20μm的总厚度,

其中所述TiCN层具有总共p个交替的C型和N型子层的多子层结构,其中p是在5至25、优选在5至12范围内的偶数或奇数,

其中所述C型和N型子层对于碳和氮的原子比具有不同的化学计量,其中所述C型TiCN子层具有在1.0≤C/N≤2.0范围内的C/N比,并且所述N型TiCN子层具有在0.5≤C/N<1.0范围内的C/N比,并且其中相邻的C型和N型层的C/N比之间的差≥0.2,并且

其中所述TiCN层具有以织构系数TC(4 2 2)在3.0至5.5范围内为特征的整体纤维织构,所述TC(4 2 2)定义如下:

$$TC(422)=\frac{I(422)}{I_0(422)}\cdot\left(\frac{1}{n}\cdot\sum_{1}^{n}\frac{I(hkl)}{I_0(hkl)}\right)^{-1}$$

其中

I(h k l)=(h k l)反射的XRD强度

I_0(h kl)=根据ICDD的PDF卡片第01-071-6059号的标准粉末衍射数据的标准强度

n=7=计算中所使用的反射次数,其中使用的七个(h kl)反射为:(11 1)、(2 0 0)、(2 2 0)、(3 1 1)、(3 3 1)、(4 2 0)和(4 2 2),

b)单层或多子层含氧Ti或Ti+Al化合物结合层,所述结合层在所述TiCN层的上方,具有0.5μm至3μm的总厚度,

c)α-Al_2O_3层,所述α-Al_2O_3层在所述结合层的上方,具有2μm至15μm的总厚度,

其中所述α-Al_2O_3层具有以织构系数TC(0 0 12)>5为特征的整体纤维织构,所述TC(0 0 12)定义如下:

$$TC(0\,0\,12)=\frac{I(0\,0\,12)}{I_0(0\,0\,12)}\cdot\left(\frac{1}{n}\cdot\sum_{1}^{n}\frac{I(hkl)}{I_0(hkl)}\right)^{-1}$$

其中

I(h k l)=(h k l)反射的XRD强度

I_0(h kl)=在NIST标准粉末SRM676a上测量的标准强度

n=8=计算中所使用的反射次数,其中使用的八个(h kl)反射是:(1 0 4)、(1 1 0)、(1 1 3)、(0 2 4)、(1 1 6)、(3 0 0)、(0 0 12)和(0 1 14),

所述标准强度具有如下值:

{h k l}	{1 0 4}	{1 1 0}	{1 1 3}	{0 2 4}	{1 1 6}	{3 0 0}	{0 0 12}	{0 1 14}
I_0(h k l)	87.93	37.68	100.00	45.76	92.43	53.93	2.05	5.16

。

2.根据权利要求1所述的经涂覆的切削工具,其中至少一个TiN或TiC的基础层直接沉积在所述基体的表面上且在所述TiCN层的下方,所述基础层具有在0.3至1.5μm或0.3至1.0μm或0.3至0.7μm范围内的厚度。

3.根据前述权利要求中任一项所述的经涂覆的切削工具,其中所述TiCN层具有以织构系数TC(4 2 2)在3.5至5.5或4.0至5.3范围内为特征的整体纤维织构。

4.根据前述权利要求中任一项所述的经涂覆的切削工具,其中在所述TiCN层的所述多子层结构中,在生长方向上,在所述基础层的上方的第一子层和在所述结合层下方的最终子层是C型层。

5.根据前述权利要求中任一项所述的经涂覆的切削工具,其中在所述TiCN层的所述多子层结构中,各N型子层的厚度小于各相邻C型子层的50%或小于40%或小于30%。

6.根据前述权利要求中任一项所述的经涂覆的切削工具,其中,在所述TiCN层的所述多子层结构中,各N型子层具有至少0.05μm或至少0.1μm或至少0.2μm的厚度。

7.根据前述权利要求中任一项所述的经涂覆的切削工具,其中在所述TiCN层的所述多子层结构中,在所述生长方向上

-第一C型子层具有在2至15μm范围内的厚度,随后的C型子层具有在0.5至4μm范围内的厚度,或

-所有C型子层具有在0.5至4μm范围内的厚度。

8.根据前述权利要求中任一项所述的经涂覆的切削工具,其中所述Ti或Ti+Al化合物结合层具有多子层结构,且具有TiCNO或TiAlCNO的总组成。

9.根据前述权利要求中任一项所述的经涂覆的切削工具,其中所述基体由硬质合金、金属陶瓷、陶瓷、钢或立方氮化硼组成,优选由硬质合金组成。

10.根据前述权利要求中任一项所述的经涂覆的切削工具,其中所述硬质涂层的层通过化学气相沉积(CVD)来沉积,所述TiCN是通过MT-CVD在600℃至900℃范围内的反应温度下沉积的MT-TiCN层,和/或所述Ti或Ti+Al化合物结合层是通过HT-CVD在900℃至1200℃范围内的反应温度下沉积的,和/或所述α-Al_2O_3层是通过HT-CVD在900℃至1200℃范围内的反应温度下沉积的。

11.权利要求1至10中任一项所述的经涂覆的切削工具用于ISO P或ISO K钢材料的连续和间断切屑形成型加工、优选用于车削操作的用途。

12.一种制造权利要求1至10中任一项所限定的经涂覆的切削工具的方法,其中所述多层耐磨硬质涂层通过化学气相沉积(CVD)而沉积在所述基体上,所述方法包括如下步骤:

-通过MT-CVD在600℃至900℃范围内的反应温度下由至少包含$TiCl_4$、H_2、N_2和CH_3CN以及任选的HCl的工艺气体组合物以总共p个交替的C型和N型子层的多子层结构来沉积TiCN层至2μm至20μm的总厚度,其中p是在5至20范围内的偶数或奇数,

其中所述C型和N型子层对于碳和氮的原子比具有不同的化学计量,其中所述C型TiCN子层具有在1.0≤C/N≤2.0范围内的C/N比,并且所述N型TiCN子层具有在0.5≤C/N<1.0范围内的C/N比,并且其中相邻的C型和N型层的C/N比之间的差≥0.2,所述C/N比通过所述工艺气体组合物中的N_2/CH_3CN之比来调节,

-通过热HT-CVD或MT-CVD由至少包含$TiCl_4$、H_2、N_2、CO并且如果存在Al则包含$AlCl_3$、以及任选的CH_4和/或HCl的工艺气体组合物,在所述TiCN层的上方沉积所述单层或多子层的含氧Ti或Ti+Al化合物结合层至0.5μm至3μm的总厚度,

-在900-1200℃范围内的温度下、在30-150毫巴范围内的压力下、以2-20分钟的时间,并且在包含H_2、N_2、1-10体积%的CO_2和1-20体积%的CO(由H_2、N_2、1-10体积%的CO_2和1-20体积%的CO组成)的气体气氛中对所述结合层进行氧化步骤,

-通过HT-CVD在900℃至1200℃范围内的反应温度下在经所述氧化步骤处理的结合层

的上方沉积总厚度为2μm至15μm的α-Al_2O_3层。

13.根据权利要求12所述的方法,包括如下步骤:通过热HT-CVD或MT-CVD由至少包含$TiCl_4$、H_2和N_2的工艺气体组合物直接在所述基体的表面上沉积至少一层TiN或TiC基础层至0.3～1.5μm范围内的基础层厚度。

14.根据权利要求12或13所述的方法,其中通过多个后续沉积步骤来沉积所述Ti或Ti+Al化合物结合层,以获得多子层结构,其中各沉积步骤通过HT-CVD在900℃至1200℃范围内的反应温度下进行。

经涂覆的切削工具

技术领域

[0001] 本发明涉及一种用于切屑形成型金属加工的经涂覆的切削工具,所述经涂覆的切削工具由基体和多层耐磨硬质涂层组成,所述硬质涂层的层通过化学气相沉积(CVD)来沉积。

背景技术

[0002] 金属加工中常用的切削工具由硬质合金、金属陶瓷、陶瓷、钢或立方氮化硼等的基础主体以及通过CVD或PVD沉积的单层或多层耐磨硬质材料涂层组成。具体地,一种类型的高性能切削工具包含硬质合金的基础主体(基体),TiC或TiN的薄基础层,TiCN的层、在大多数情况下沉积为MT-TiCN(中温CVD),随后是α、κ或混合的α+κAl_2O_3层。在TiCN层和Al_2O_3层之间设置Ti化合物或Ti+Al化合物结合层也是已知的,所述结合层可以适合于将晶体学性质从下方的TiCN层传递到Al_2O_3层中,并且可以对Al_2O_3层的变体、织构和粘附性产生影响。例如,在Ti或Ti+Al化合物结合层的表面的一定程度的氧化可以促进形成α-Al_2O_3优先于κ变体。在US 7,172,807中可以找到实例。

[0003] 此类切削工具的性能和寿命受到各种参数的影响。一些参数或多或少实由于所需的加工应用而给出的,例如工件材料、预期的切削操作等。然而,切削工具本身仍然存在改进的潜力,特别是在涂层性质以及涂层的不同部分和层之间的平衡方面,从而影响不同的磨损类型并提高工具寿命和切削性能。

发明内容

[0004] 技术问题

[0005] 本发明的一个目的是提供一种经涂覆的切削工具,所述经涂覆的切削工具特别是对于ISO P和ISO K钢应用在连续和间断切削中具有改善的耐磨性和抗氧化性以及增强的刃线韧性。

[0006] 技术方案

[0007] 该目的已经通过如下得到解决:一种用于切屑形成型金属加工的经涂覆的切削工具,由基体和多层耐磨硬质涂层组成,所述多层耐磨硬质涂层包含:

[0008] a)TiCN层,所述TiCN层具有2μm至20μm的总厚度,

[0009] 其中所述TiCN层具有总共p个交替的C型和N型子层的多子层结构,其中p是在5至25、优选在5至12范围内的偶数或奇数,

[0010] 其中所述C型和N型子层对于碳和氮的原子比具有不同的化学计量,其中所述C型TiCN子层具有在1.0≤C/N≤2.0范围内的C/N比,并且所述N型TiCN子层具有在0.5≤C/N<1.0范围内的C/N比,并且其中相邻的C型和N型层的C/N比之间的差≥0.2,并且

[0011] 其中所述TiCN层具有以织构系数TC(4 2 2)在3.0至5.5范围内为特征的整体纤维织构,所述TC(4 2 2)定义如下:

[0012] $$TC(422)=\frac{I(422)}{I_0(422)}\cdot\left(\frac{1}{n}\cdot\sum_{1}^{n}\frac{I(hkl)}{I_0(hkl)}\right)^{-1}$$

[0013] 其中

[0014] I(h k l)＝(h k l)反射的XRD强度

[0015] I_0(h k l)＝根据ICDD的PDF卡片第01-071-6059号的标准粉末衍射数据的标准强度

[0016] n＝7＝计算中所使用的反射次数,其中使用的七个(h k l)反射为:(11 1)、(2 0 0)、(2 2 0)、(3 1 1)、(3 3 1)、(4 2 0)和(4 2 2),

[0017] b)单层或多子层含氧Ti或Ti+Al化合物结合层,所述结合层在所述TiCN层的上方,具有0.5μm至3μm的总厚度,

[0018] c)α-Al_2O_3层,所述α-Al_2O_3层在所述结合层的上方,具有2μm至15μm的总厚度,

[0019] 其中所述α-Al_2O_3层具有以织构系数TC(0 0 12)>5为特征的整体纤维织构,所述TC(0 0 12)定义如下:

[0020] $$TC(0\,0\,12)=\frac{I(0\,0\,12)}{I_0(0\,0\,12)}\cdot\left(\frac{1}{n}\cdot\sum_{1}^{n}\frac{I(hkl)}{I_0(hkl)}\right)^{-1}$$

[0021] 其中

[0022] I(h k l)＝(h k l)反射的XRD强度

[0023] I_0(h k l)＝在NIST标准粉末SRM676a上测量的标准强度

[0024] n＝8＝计算中所使用的反射次数,其中使用的八个(h k l)反射是:(1 0 4)、(1 1 0)、(1 1 3)、(0 2 4)、(1 1 6)、(3 0 0)、(0 0 12)和(0 1 14),

[0025] 所述标准强度具有如下值:

[0026]

{h k l}	{1 0 4}	{1 1 0}	{1 1 3}	{0 2 4}	{1 1 6}	{3 0 0}	{0 0 12}	{0 1 14}
I_0(h k l)	87.93	37.68	100.00	45.76	92.43	53.93	2.05	5.16

[0027] 在下文中,术语“TiCN层的{2 1 1}织构”和“α-Al_2O_3层的{0 0 1}织构”意指多晶层中的优选结晶取向,其中与随机取向相比,各晶面更频繁地取向为平行于基体表面(垂直于层的生长方向)。优选的结晶取向在本文中通过XRD测定,并分别通过相应的(平行)晶体{4 2 2}面和{0 0 12}面的织构系数、TiCN层的TC(4 2 2)、以及α-Al_2O_3层的TC(0 012)来表示。

[0028] 尝试改善切削工具的性质和性能必须同时考虑多个方面。已经发现,控制所述α-Al_2O_3层的高{0 0 1}织构(由织构系数TC(0 0 12)>5表示)是高抗氧化性和耐月牙洼磨损性的关键。优选地,所述α-Al_2O_3层的织构系数TC(0 0 12)>6。另一方面,发现后刀面耐磨损性受到涂层序列中TiCN层的微观结构和织构的强烈影响。切削工具性能和切削工具寿命的另一个必要特征是刃线韧性,然而,这可能受到涂层在层界面处的粘附性的限制。低粘附性会导致工具折断、崩刃和/或剥落,从而导致工具早期失效。通过特定的涂层序列和各涂层的性质,本发明人发现了一种新型的经涂覆的切削工具,所述经涂覆的切削工具提供了改善的刃线韧性和后刀面耐磨损性以及改善的抗氧化性和耐月牙洼磨损性。

[0029] 在本发明的经涂覆的切削工具的最佳模式中,所述硬质涂层的层通过化学气相沉积(CVD)来沉积,并且具有多子层结构的TiCN层是通过MT-CVD在600℃至900℃范围内的反应温度下沉积的MT-TiCN层。多晶TiCN层由柱状晶粒组成。

[0030] 所述Ti或Ti+Al化合物结合层优选通过HT-CVD在900℃至1200℃范围内的反应温度下沉积,并且所述α-Al_2O_3层也优选通过HT-CVD在900℃至1200℃反应温度下沉积。

[0031] 已知在所述Al_2O_3层下方的所述Ti或Ti+Al化合物层中一定程度的氧化态可促进α变体优先于其它变体的成核和随后的生长。然而,已经发现,α-Al_2O_3层的织构的发展和水平不仅由Al_2O_3层的沉积条件本身决定,而且在一定程度上还由下方的TiCN层的微观结构和结晶取向决定。因此,控制所述TiCN层对于控制随后的所述α-Al_2O_3层的性质也至关重要。

[0032] 本发明人已经认识到,具有高{211}织构的细晶粒TiCN层促进了高度{001}织构化的α-Al_2O_3层的受控成核和沉积以及涂层的高后刀面耐磨损性。因此,在第一次尝试中,将假设所述TiCN层的尽可能高的{211}织构,以改善由高度{001}织构化的α-Al_2O_3层和后刀面耐磨损性产生的有利性能。

[0033] 然而,本发明人通过大量实验和分析进一步发现,所述涂层的粘附性、特别是在所述α-Al_2O_3层和下方的结合层之间的界面处的粘附性,受到所述TiCN层的微观结构和晶体取向的强烈影响。所述TiCN层的高{211}织构促进了高度{001}织构化的α-Al_2O_3层和高后刀面耐磨损性的优点,但发现所述TiCN层的高{211}织构通常与所述α-Al_2O_3和所述结合层之间的界面处的非常弱的粘附性(特别是在工具的刃线处导致折断和崩刃)相关,由此损害工具性能和工具寿命。

[0034] 本发明可以通过如本文中所定义的多层耐磨硬质涂层来解决这一矛盾,其中所述TiCN层具有特定个数的5至25个交替的具有明确限定的C/N比的C型和N型子层的多子层结构,并且其中所述TiCN具有在3.0至5.5的特定范围内的由织构系数TC(4 2 2)表示的{211}织构。优选地,所述织构系数TC(4 2 2)为3.5至5.5或4.0至5.3。

[0035] 一方面,所述TiCN层的所述织构系数TC(4 2 2)足够高,以促进后续α-Al_2O_3层的生长和有利性质。另一方面,发现所述TiCN层的织构系数TC(4 2 2)的限制可减少或避免所述α-Al_2O_3层与所述结合层之间的粘附性问题。

[0036] 为了实现这些性质,已经发现沉积主要由C型TiCN组成的多子层的TiCN层是有利的,其中C型TiCN的生长被N型TiCN子层的沉积规律地中断。假设并且已经发现,所述N型TiCN的子层对所述C型TiCN生长条件的中断控制了所述TiCN层的{211}织构,在本文中用织构系数TC(4 2 2)表示。鉴于所述C型TiCN促进了所述TiCN层的{211}织构,所述N型TiCN子层的类型和个数适合于控制和调节所述TiCN层的所述{211}织构的限制。单独沉积N型层单层也被证明会带来缺点,如随机织构的晶体和/或非常粗的晶粒。

[0037] 已经表明,如果在所述TiCN层的所述多子层结构中所述N型子层比相邻的C型子层更薄,则可实现所述TiCN层的最佳性质和所述{211}织构的控制。优选地,各N型子层具有小于各相邻C型子层的50%或小于40%或小于30%的厚度。另一方面,各N型子层应当具有至少0.05μm或至少0.1μm或至少0.2μm的厚度。否则,所述N型子层对所述TiCN多层的织构的控制效果会太低。

[0038] 在所述TiCN层的沉积期间,C型和N型子层之间的变化通过沉积条件、尤其是反应气体组成的变化来控制。C型和N型子层的厚度通过在相应的C型和N型条件下的沉积时间来控制。应当提及的是,在不同的C型和N型条件下的沉积速率不必须是相同的,然而,通过简单的实验找到在特定条件下的相应沉积速率是在本领域的技术人员的能力范围内的。

[0039] 还发现,为了实现所述TiCN层的期望性质,交替的C型和N型子层的个数不应当太

低或太高。已证明,个数为5至25个的交替的C型和N型子层对于将所述TiCN层的所述{211}织构控制在有益的织构系数TC(4 2 2)范围内是有利的。

[0040] 根据本发明,所述C型TiCN子层具有在1.0≤C/N≤2.0范围内的C/N比,并且所述N型TiCN子层具有在0.5≤C/N<1.0范围内的C/N比。在本发明的一个实施方式中,所述C型TiCN子层具有在1.2≤C/N<1.5范围内的C/N比,并且所述N型TiCN子层具有在0.7<C/N<1.0范围内的C/N比。通过沉积交替的N型TiCN子层来中断C型TiCN的生长的效果不仅可以受到中断N型子层的C型的个数的影响,还可以受到C/N比的调节以及C型和N型子层之间C/N比之差的影响。在沉积过程中,沉积的层中的C/N比由沉积条件来调节,主要由N-供体和C-供体之比来调节。在以N_2和CH_3CN作为N和C源的反应气体体系中,C/N比通过这些前驱体气体之比来调节。

[0041] 根据本发明,相邻的C型和N型层的C/N比之间的差≥0.2。在本发明的一个优选的实施方式中,C型和N型层的C/N比之间的差在0.3至1.5或0.4至1.0或0.5至0.8的范围内。如果相邻的C型和N型层的C/N比之间的差太低,则控制所述TiCN层的晶体性质的期望效果太弱。

[0042] 本发明的经涂覆的切削工具的基体可以是本领域中已知的适合于金属切削工具的任何类型,如硬质合金、金属陶瓷、陶瓷、钢或立方氮化硼,其中硬质合金是特别适合且优选的。

[0043] 已证明,本发明的经涂覆的切削工具在连续和间断切削中、尤其是在用于ISO-P和ISO K钢工件应用的车削操作中表现出优异的耐磨性和抗氧化性以及增强的刃线韧性。因此,本发明包括本发明的经涂覆的切削工具用于ISO-P和ISO K钢材料的连续和间断切削的用途。

[0044] 在本发明的经涂覆的切削工具的一个优选的实施方式中,至少一个TiN或TiC基础层直接沉积在基体表面上和所述TiCN层的下方。合适的基础层具有在0.3至1.5μm或0.3至1.0μm或0.3至0.7μm范围内的厚度。所述基础层可以通过热HT-CVD或MT-CVD来沉积。

[0045] 所述基础层适于改善所述TiCN层对所述基体的粘附性。在随后的高温处理期间,如在HT-CVD氧化铝沉积期间,所述基础层还可以用作阻挡层以避免或至少降低诸如Co的成分从所述基体扩散到所述TiCN涂层中,反之亦然。

[0046] 在本发明的经涂覆的切削工具的一个优选的实施方式中,在所述TiCN层的所述多子层结构中,在生长方向上,在所述基础层的上方的第一子层是C型层。在另一个优选的实施方式中,在所述基础层的上方的第一子层和在所述结合层下方的最终子层都是C型层。

[0047] 如上所述,所述多层TiCN层的主要部分是C型TiCN,已经证明,所述C型TiCN是促进所述TiCN层的所述{211}织构的类型,这类似地促进所述α-Al_2O_3层的{001}织构,而优选插入所述N型子层以控制所述TiCN层的所述{211}织构的发展。然而,如果在所述基础层的上方沉积N型层作为所述第一子层,则发现所述TiCN层的{211}织构的发展成低的,结果所述α-Al_2O_3层的所述{001}织构降低。如果所述结合层下方的所述最终子层也是C型层,则所述效果甚至可能增加,并且实现了所述α-Al_2O_3层的所述{001}织构的更好的控制。

[0048] 关于所述TiCN层的所述多子层结构,本发明的经涂覆的切削工具存在两种优选的变体。

[0049] 在第一变体中,所述第一C型子层在生长方向上相对厚,具有在5至15μm范围内的

厚度,并且随后的C型子层较薄,具有在0.5至4μm范围内的厚度,其中在所述C型层之间沉积有较薄的N型子层。在该变体中,在第一阶段中,第一较厚的C型子层会发展明显的{211}织构,并为后续层设置一种模板。

[0050] 在第二变体中,各C型子在生长方向上层具有在0.5至4μm范围内的厚度,其中在所述C型层之间沉积有薄的N型子层。该变体也表现很好,并且如果在所述TiCN层中交替的C型和N型子层的个数在上限范围内并且所述TiCN层的总厚度不应当变得太高,则该变体尤其适合。

[0051] 本发明的涂层的所述结合层是沉积在所述TiCN层的上方的单层或多子层含氧Ti或Ti+Al化合物层,具有0.5μm至3μm的总厚度。优选地,所述结合层具有多子层结构,且具有TiCNO或TiAlCNO的总组成。在所述结合层的CVD沉积期间,可以通过向反应气体组合物中添加一氧化碳CO来引入氧。在一个优选的实施方式中,在后续Al_2O_3层的成核和生长之前,对所沉积的结合层另外进行氧化步骤。在所述Ti或Ti+Al结合层中氧的存在以及结合层表面的氧化适合于促进Al_2O_3层在α-改性中的生长。

[0052] 本发明还包括一种用于制造如本文中所限定的本发明的经涂覆的切削工具的方法,其中所述多层耐磨硬质涂层通过化学气相沉积(CVD)而沉积在基体上,所述方法包括如下步骤:

[0053] -通过MT-CVD在600℃至900℃范围内的反应温度下由至少包含$TiCl_4$、H_2、N_2和CH_3CN以及任选的HCl的工艺气体组合物以总共p个交替的C型和N型子层的多子层结构来沉积TiCN层至2μm至20μm的总厚度,其中p是在5至20范围内的偶数或奇数,

[0054] 其中所述C型和N型子层对于碳和氮的原子比具有不同的化学计量,其中所述C型TiCN子层具有在1.0≤C/N≤2.0范围内的C/N比,并且所述N型TiCN子层具有在0.5≤C/N<1.0范围内的C/N比,并且其中相邻的C型和N型层的C/N比之间的差≥0.2,所述C/N比通过所述工艺气体组合物中的N_2/CH_3CN之比来调节,

[0055] -通过热HT-CVD或MT-CVD由至少包含$TiCl_4$、H_2、N_2、CO并且如果存在Al则包含$AlCl_3$以及任选的CH_4和/或HCl的工艺气体组合物,在所述TiCN层的上方沉积单层或多子层的含氧Ti或Ti+Al化合物结合层至0.5μm至3μm的总厚度,

[0056] -在900-1200℃范围内的温度下、在30-150毫巴范围内的压力下、以2-20分钟的时间,并且在包含H_2、N_2、1-10体积%的CO_2和1-20体积%的CO或者由H_2、N_2、1-10体积%的CO_2和1-20体积%的CO组成的气体气氛中对所述结合层进行氧化步骤,

[0057] -通过HT-CVD在900℃至1200℃范围内的反应温度下在经所述氧化步骤处理结合层的上方沉积总厚度为2μm至15μm的α-Al_2O_3层。

[0058] 优选地,所述方法包括如下进一步的步骤:通过热HT-CVD或MT-CVD由至少包含$TiCl_4$、H_2和N_2的工艺气体组合物直接在所述基体表面上沉积至少一层TiN或TiC基础层至在0.3至1.5μm范围内的基础层厚度。

[0059] 优选通过多个后续沉积步骤来沉积所述Ti或Ti+Al化合物结合层,以获得多子层结构,其中各沉积步骤通过HT-CVD在900℃至1200℃范围内的反应温度下进行。在本文中的实例中,以五步工艺来沉积所述结合层,从TiCN子层开始,随后是在反应气体中包含CO的工艺条件下的若干步骤以将氧掺入到层中,以及包含$AlCl_3$的步骤以将Al掺入到层中。所述结合层的总(整体)组成为Ti+Al+C+N+O。沉积所述结合层之后是在含有H_2、N_2、CO_2和CO的气体

气氛中在900℃至1200℃、优选约1000℃的高温下的氧化步骤。

附图说明

[0060] 图1示出了不同A粘附性等级的涂层的经抛光帽罩(calotte)研磨的表面的光学显微照片(LOM)的实例(图1a:A＝1;图1b:A＝2;图1c:A＝3)。

[0061] 图2示出了经涂覆的切削工具样品的本发明实施例和比较例的A粘附性和Z粘附性的平均值,分别相对于TiCN层中的子层的个数绘制(图2a)和相对于TiCN层的织构系数TC(4 2 2)绘制(图2b)。

[0062] 图3示出了在月牙洼磨损测试(在C45E钢中的车削操作)12分钟的切削时间(图3a,3c,3e)和15分钟的切削时间(图3b,3d,3f)后本发明样品(图3a,3b:4WAG51;图3c,3d:4WAG50)和参照样品(图3e,3f:1246260)的月牙洼磨损的光学照片。

[0063] 图4示出了图3中所示样品4WAG51、4WAG60和参照1246260在月牙洼磨损测试中每3分钟循环后的后刀面磨损。

[0064] 图5示出了本发明的样品4WAG51和4WAG55和参照样品1246260在韧性测试中的后刀面磨损,其中最大磨损宽度相对于循环次数绘制,其中指示了各样品在工具寿命终止时的刃线损坏(ELD)(后刀面上的$VB_{最大}$≥0.3mm)。

[0065] 图6示出了在本发明的TiCN层的样品上在层生长方向上沿线A-B的TEM(图5a)以及EDXS线扫描(图5b)的一个实例。在TEM表达中,较厚的C型子层(亮)被六层薄的N型子层(暗)中断。EDXS线扫描示出在线A-B的约4μm长度上Ti、C和N的以原子％计的浓度。在该样品中,通过EDXS确定的、所述C型子层的平均C/N比为约1.42,所述N型子的层平均C/N比为约0.85。C/N比结果可以通过EELS线扫描来确认。

[0066] 定义和方法

[0067] MT-TiCN

[0068] 在本文中使用的术语“MT-TiCN”意味着TICN是通过中温CVD(MT-CVD)沉积的,这有别于通过高温CVD(HT-CVD)沉积的材料。

[0069] X射线衍射(XRD)测量

[0070] 使用CuKα-辐射和PIXcel 1D RTMS探测器在Panalytical CubiX3衍射仪上进行X射线衍射测量。X射线管在45kV和40mA下以线聚焦运行。在Bragg-Brentano几何形状中进行测量。在主束侧,使用0.04rad的Soller狭缝、0.5°的固定发散狭缝和1°的防散射狭缝。为了避免X射线束溢出样品的涂覆面,插入1.6mm宽的束掩模。在二次光束侧,使用8mm的固定防散射狭缝、0.04rad的Soller狭缝和20μm厚的NiKβ滤波器。对称的θ-2θ在19°≤2θ≤130°的角度范围内扫描,其中执行0.0158°的增量和约0.2秒的计数时间。

[0071] 通过将准Voigt分布与在已经进行了Cu-$K\alpha_2$去除(Rachinger法)和背景减除之后测量的2θ扫描拟合,使用基于Matlab的峰拟合程序进行数据分析。本文中的峰强度是峰面积强度。对所有样品应用了薄膜吸收(TF)校正,这考虑了与块体材料中的自然渗透深度相反的层的有限厚度。此外,对沉积在感兴趣的各层上方的层应用吸收校正(Abs)。应用于薄膜(TF)校正和吸收(Abs)校正的公式是本领域技术人员已知的,并且如下所示:

[0072] $$I_{校正}^{TF}=\frac{I_0}{1-exp(-2\mu S/sin\theta)} \qquad I_{校正}^{Abs}=\frac{I_0}{exp(-2\mu S/sin\theta)}$$

[0073] 分别地,在用于薄膜校正($I^{TF}_{校正}$)的公式中,S是感兴趣的层的厚度,而在用于吸收校正($I^{Abs}_{校正}$)的公式中,S是吸收顶层的厚度。“μ”是各层材料的线性吸收系数,其中μ(α-Al_2O_3)=0.01258μm^{-1}且μ(TiCN)=0.08150μm^{-1}。(另参见:Birkholz,通过X射线散射的薄膜分析(Thin Film Analysis by X-ray Scattering),2006年,Wiley-VCH,ISBN 3-527-31052-5,第5.5.3章,第211-215页)。

[0074] 由于与所述TiCN涂层相比,所述结合层薄,具有相同的晶体结构和相似的化学组成,因此两层的重叠干涉峰无法分离或可靠地去卷积。因此,没有分别对重叠在所述TiCN涂层的所述结合层进行单独的吸收校正和薄膜校正。而是,将它们作为一个层处理。

[0075] 织构系数TC(hkl)

[0076] 术语“纤维织构”通常与通过气相沉积生产的多晶薄膜连接使用,描述了与随机取向相比生长的晶粒的优选晶体取向在于,发现一组几何学上等价的晶面{h k l}优选地平行于基体表面而取向。

[0077] 表示优选的生长、即发现一组几何学上等价的晶面{h k l}优选地平行于基体取向的手段是使用由Harris提出的形式论、基于在各样品上测量的一组定义的XRD反射而计算的织构系数TC(h k l)(Harris,G.B.,Philosophical Magazine Series 7,43/336,1952年,第113-123页)。根据Harris公式,测量的峰强度I(h k l)与从相应ICDD的PDF卡片获取的、或者在标准参照粉末上测量的相对标准强度I_0(h k l)相关。

[0078] $$TC(hkl)=\frac{I(hkl)}{I_0(hkl)}\cdot\left(\frac{1}{n}\cdot\sum_{1}^{n}\frac{I(hkl)}{I_0(hkl)}\right)^{-1}$$

[0079] 晶体材料的层的织构系数TC(h k l)>1是表示,至少与Harris公式中使用的XRD反射相比,晶体材料的晶粒以它们的{h k l}晶面相比于随机分布更加频繁地平行于基体表面而取向。对于本文中的织构系数TC(h k l)的计算,测量的峰强度I(h k l)意指如上所述校正的净峰面积强度。

[0080] 对于TiCN,应用了ICDD的PDF卡片第01-071-6059号,并在计算中使用了如下(h k l)反射(n=7):

[0081]

{h k l}	{1 1 1}	{2 0 0}	{2 2 0}	{3 1 1}	{3 3 1}	{4 2 0}	{4 2 2}
标准强度I_0	803	999	464	198	62	124	100

[0082] 对于α-Al_2O_3,标准峰面积强度I_0(h k l)是通过如上所述在经认证的NIST(国家标准与技术研究院)标准粉末SRM676a上进行测量获得的。在计算中使用了如下(h k l)反射(n=8):

[0083]

{h k l}	{1 0 4}	{1 1 0}	{1 1 3}	{0 2 4}	{1 1 6}	{3 0 0}	{0 0 12}	{0 1 14}
标准强度I_0	87.93	37.68	100.00	45.76	92.43	53.93	2.05	5.16

[0084] 扫描电子显微镜(SEM)

[0085] 对于SEM分析,将刀片切割成截面,安装在支架中,然后通过如下步骤来处理:i)用水利用Struers Piano220磨盘研磨6分钟;ii)用9μmMD-Largo金刚石悬浮液抛光3分钟;iii)用3μm MD-Dac金刚石悬浮液抛光3:40分钟;iv)用1μm MD-Nap金刚石悬浮液抛光2分钟;v)用OP-S胶体二氧化硅悬浮液抛光/蚀刻至少12分钟(胶体二氧化硅的平均粒度=0.04μm)。在SEM检查之前对样本进行超声波清洗。SEM图像是在Zeiss Supra 40VP场发射扫描电

子显微镜上使用30μm光圈、2.5kV加速电压和5mm的工作距离获得的。

[0086] 用于TEM分析的样品制备

[0087] 用于TEM的样品的制备是通过原位提取技术进行的,使用配备有镓液体金属离子源的组合型FIB/SEM设备Zeiss Crossbeam 540场发射扫描电子显微镜从表面切割出薄的横截面片并将样品减薄至足够的电子透明度。

[0088] 分析透射电子显微镜(TEM)研究(STEM-EDXS)

[0089] 在FEI Tecnai Osiris显微镜上以200keV的一次电子能量和1nA的电子电流进行扫描透射电子显微镜(STEM)成像和经由能量色散X射线光谱(EDXS)的元素映射的组合,显微镜配备有高亮度场发射电子枪和四个硅漂移探测器(FEI Super-X EDX系统)。

[0090] STEM-EDXS映射用于分别确定C型和N型层的子层厚度。得到的元素分布的定量线轮廓在交替的C型和N型层堆叠体上展现出高的均匀性和再现性。C/N比通过使用Matlab的线轮廓拟合来确定。

[0091] 电子能量损失谱(EELS)

[0092] 通过GIF Tridiem 865ER型的Gatan成像能量滤波器在FEI Titan80-300显微镜上以300kV进行电子能量损失谱(EELS)。在STEM模式下进行EELS线分布分析。为了准确量化C/N比,应用了具有高空间分辨率的EELS分析。这些测量结果确认了来自STEM EDXS分析的数据。

[0093] 帽罩研磨/球式月牙洼化(Ball Cratering)

[0094] 帽罩研磨用于评估涂层厚度和粘附性。将刀片放置在球式月牙洼化装置的倾斜磁性支架上。通过旋转的30mm钢球在涂层和基体材料中研磨球形帽罩,将所述钢球用3μm的水基金刚石悬浮液(Struers,DP-Lubricant Green)的液滴润湿,并由驱动轴以>500rpm驱动。当所述基体材料中的帽罩直径达到约600-1100μm时,停止研磨过程。考虑了帽罩的几何形状,使用光学显微镜(LOM)通过专用软件进行厚度测量。

[0095] A粘附性和Z粘附性

[0096] “A粘附性”定义了α-Al_2O_3层与结合层的粘附性,“Z粘附性”定义了结合层内、即所述结合层的各个子层之间的内部粘附性。A粘附性和Z粘附性通过在经抛光帽罩研磨的表面上的LOM观察来评估,并在1.0(=完全粘附性)至3.0(=无粘附性)的等级上进行了视觉分类。

[0097] 在层/子层的界面处的A粘附性和Z粘附性标准如下:

[0098] A或Z=1:在界面处未观察到或观察到可忽略的断裂,界面线完整。

[0099] A或Z=2:在界面处可以观察到较小的断裂,总界面线的约51-80%没有劣化。

[0100] A或Z=3:在界面处可观察到大的断裂或连续分层,帽罩中的50-100%的界面线劣化。

[0101] 图1a、图1b和图1c示出了A粘附性的实例(图1a:A=1;图1b:A=2;图1c:A=3)。

[0102] CVD涂层

[0103] 本文中的所有CVD涂层都是在具有1580mm的内部反应器高度、500mm的内部反应器直径和约300升的内部体积的工业尺寸的Bernex BPX530L型径向流CVD涂层室中制备的。通过中心气体入口管将反应气体供给到反应器中,并通过沿入口管分布的开口引入反应区中,以在基体本体上提供基本上径向的气流。

[0104] 应当注意,可以在反应器中在不同的盘水平上并且在径向方向上距反应气体出口不同的距离处放置大量的切削工具刀片基体(为多达约15000个刀片的量级)。因此,根据总气体流量、气体速度和沉积反应的类型,反应气体成分以及因此在同一反应器内的不同基体位置处的反应性可以变化,并且可以导致在相同标称反应条件下在同一沉积中运行经涂覆的基体的涂层厚度和其他产品参数变化。这是本领域技术人员熟知的现象。然而,通过本领域中已知的调节,如调节总气体流量、气体速度、沉积时间等来降低或克服此类变化以实现本发明的涂层性质是在本领域技术人员的能力范围内的。

[0105] 如果没有另外说明,则在本文中的实例中,用刀片填充反应器直至大约其满容量,由此将待研究的样品刀片放置在距中心入口管开始盘上的三个不同径向位置(位置:中心(C)、中间(M)、外围(P))处并且在反应器高度内的六个不同盘水平上。用"废料"刀片填充盘上的剩余位置,以尽可能接近反应器内的满尺寸沉积条件和体积使用。

[0106] 如果没有另外说明,则在本文中的实例中,对于样品指示的测量值,如层厚度、织构系数、A粘附性和Z粘附性等,表示从反应器内的18个不同位置获取的18个样品的平均值,如上所述。

[0107] 喷砂

[0108] 如果对沉积的涂层进行喷砂,则在刀片的前刀面上进行。

[0109] 干式喷砂("TS")采用直径为70-120μm的ZrO_2圆形介质、喷砂压力为5巴(喷射器压力=1.8巴)、喷砂距离为90mm进行。湿式喷砂("TT")采用20体积%的Al_2O_3在水中的喷砂浆料(F240微砂)、喷砂压力为2.8-3.8巴(喷射器压力=1.-2.0巴)、喷砂距离为94.5mm进行。

[0110] 月牙洼磨损测试

[0111] 使用如下切削数据在C45E钢中测试经涂覆的切削工具:

[0112] 切削速度v_c:270m/分钟

[0113] 切削供给,f:0.32mm/转

[0114] 切削深度,a_p:2.5mm

[0115] 刀片型号:WNMG080412

[0116] (无切削液)

[0117] 对各切削工具评价一个切削刃。在分析月牙洼磨损时,使用光学显微镜测量暴露的基体的面积。当由流动的切屑形成的磨损月牙洼穿过/到达次级切削刃时,认为达到了切削工具的寿命。在光学显微镜下切削3分钟后评价各切削工具的磨损。然后,在每运行3分钟进行测量,继续切削过程,直到达到工具寿命标准。除了月牙洼磨损外,还观察了后刀面磨损。

[0118] 韧性测试-刃线损坏(ELD)

[0119] 使用如下切削数据在C45E钢的间歇车削操作中对经涂覆的切削工具(喷砂或未喷砂)进行测试:

[0120] 切削速度v_c:200m/分钟

[0121] 切削供给,f:0.2mm/转

[0122] 切削深度,a_p:2.64mm

[0123] 刀片型号:WNMG080412

[0124] 工件材料由C45E组成。在这种类型的测试期间,已证明间歇切削过程对工具的寿

命至关重要。如果达到或超过70％的刃线损坏(ELD)(标准#1)或0.3mm的后刀面磨损$VB_{最大}$(标准#2),以较早发生者为准,则假设已经达到了工具寿命的终点。使用水混溶性金属加工液。

实施例

[0125] 基体

[0126] 在本实施例中,使用具有切削刀片几何形状ISO类型CNMA120412和WNMG080412的硬质合金基体。硬质合金组成为86.11重量％的WC、5.48重量％的Co、3.52重量％的TaC、2.12重量％的TiC、2.33重量％的NbC和0.44重量％的其它碳化物。所述基体具有距基体表面约20μm的富含Co粘合剂的表面区域。

[0127] 对于CVD沉积,通过将至少一个几何形状为CNMA120412的刀片和一个几何形状为WNMG080412的刀片彼此相邻地放置在CVD反应器内相同的径向和盘水平位置,在相同的条件下在相同的沉积运行中涂覆两个不同几何形状CNMA120412和WNMG080412的刀片。由于它更简单的几何形状和平坦的表面,因此更容易操作,在切削测试中使用用于涂层分析和测量(包括A粘附性和Z粘附性分析)的CNMA120408刀片,以及用于钢加工的常见车削工具刀片几何形状的WNMG080412刀片。

[0128] 沉积

[0129] 本文中的实施例沉积中的涂层序列为:TiN基础层/TiCN涂层(MT-TiCN)/TiAlCNO结合层/α-Al_2O_3层。在沉积所述α-Al_2O_3层之前,对所述结合层应用氧化步骤。在本文中制备的所有本发明的实施例和比较例中,分别在相同的工艺条件下沉积并进行所述TiN基础层、所述TiAlCNO结合层、所述氧化步骤和所述α-Al_2O_3层,以使实施例相对于单层或多层TiCN涂层的变体具有可比性。

[0130] 表1中给出了用于沉积本发明样品和比较样品的层的工艺参数,表3中给出了TiCN涂层序列。表2中给出了用于沉积参照样品1246260的层的工艺步骤和参数。在表4中给出了在样品的测量上的参数(分别为分布在反应器中的18个本发明样品和比较样品的平均,如上所述)。

[0131] 所述TiN基础层为约0.3-0.5μm厚。所述TiAlCNO结合层具有约1.0-1.5μm的厚度。所述α-Al_2O_3层具有约5.5-6.5μm的厚度。所述TiCN涂层具有在约7.5-11.0μm范围内的厚度。

[0132] 所述结合层由在五个涂覆步骤BL-a至B-e中沉积的多子层结构组成。所述α-Al_2O_3的沉积分两步、即步骤1和步骤2进行。

[0133] 粘附性分析

[0134] 分别测定本发明样品和比较样品的A粘附性和Z粘附性的平均值(参见表3和表4),并相对于多层的个数(图2a;#-ML)和所述TiCN层的所述织构系数TC(4 2 2)(图2b)绘制。在图2a和图2b中的虚线框中,标记了使用TiCN-C和TiCN-D的单层样品(#-ML＝1)。结果显示,即使对于所述单层样品,#-ML和TC(4 2 2)对Z粘附性几乎没有影响。然而,观察到A粘附性相对于#-ML的强负线性依赖性和A粘附性相对于TC(4 2 2)的强正线性依赖性。两个单层实施例都显示出非常弱的A粘附性。在本发明的#-ML和TiCN层的TC(4 2 2)范围内的多子层样品显示出改善的A粘附性,同时,显示出改善的切削性能。

[0135]

表 1：本发明样品和比较样品中各层的沉积期间的工艺参数和反应气体

层类型	温度 [℃]	压力[毫巴]	时间 [分钟]	H_2 [体积%]	N_2 [体积%]	$TiCl_4$ [体积%]	CH_4 [体积%]	CH_3CN [体积%]	HCl [体积%]	$AlCl_3$ [体积%]	CO_2 [体积%]	CO [体积%]	H_2S [体积%]	总计[l/分钟]
TiN (基础层)	885	300	60	54.9	43.9	1.2	---	---	---	---	---	---	---	90.9
TiCN-A (N 型)	885	70	变化	57.3	41.7	0.9	---	0.1	---	---	---	---	---	96.0
TiCN-B (C 型)	885	70	变化	81.8	14.9	2.7	---	0.6	---	---	---	---	---	67.2
TiCN-C (C 型)	885	55	320	87.8	8.8	2.7	---	0.7	---	---	---	---	---	113.9
TiCN-D (C 型)	885	70	320	81.5	14.8	3.0	---	0.7	---	---	---	---	---	67.5
TiCN-E (N 型)	885	70	变化	63.1	36.0	0.8	---	0.1	---	---	---	---	---	96.0
TiCN-F (C 型)	885	70	变化	85.1	12.2	2.2	---	0.5	---	---	---	---	---	67.2
BL-a	1000	400	25	67.5	25.9	1.5	---	3.4	1.7	---	---	---	---	88.9
BL-b	1000	70	12	83.1	12.5	1.5	0.4	---	1.3	---	---	1.2	---	120.4
BL-c	1000	70	5	71.6	23.1	2.3	0.5	---	---	0.2	---	2.3	---	129.9
BL-d	1000	70	7	71.9	23.2	2.3	---	---	---	0.3	---	2.3	---	129.3
BL-e	1000	55	10	99.5	---	---	---	---	---	0.5	---	---	---	65.3
氧化步骤	1000	65	5	57.1	31.7	---	---	---	---	---	3.2	8.0	---	63.0
α-Al_2O_3 (步骤 1)	1000	65	30	93.2	---	---	---	---	1.4	1.4	2.7	1.3	---	74.0
α-Al_2O_3 (步骤 2)	1000	65	270	93.7	---	---	---	---	1.8	0.8	3.4	---	0.3	135.2

“BL”=结合层(多层)

[0136]

表 2：用于参照样品中的层沉积的工艺步骤和参数(1246260=现有技术)

图层类型	温度 [℃]	压力[毫巴]	时间 [分钟]	H_2 [体积%]	N_2 [体积%]	$TiCl_4$ [体积%]	CH_3CN [体积%]	CH_4 [体积%]	HCl [体积%]	$AlCl_3$ [体积%]	CO_2 [体积%]	CO [体积%]	H_2S [体积%]	总计[l/分钟]
TiN (基础层)	900	160	51	59.4	39.6	1.0	---	---	---	---	---	---	---	88,4
TiCN (步骤 1)	900	75	90	71.5	25.7	2.2	0.6	---	---	---	---	---	---	69,9
TiCN (步骤 2)	900	70	240	89.4	7.9	2.0	0.7	---	---	---	---	---	---	76,1
BL-1	1000	400	20	67.7	25.4	1.9	---	3.3	1.7	---	---	---	---	59,1
BL-2	1000	70	4	84.1	12	1.5	---	---	1.2	---	---	1.2	---	83,2
BL-3	1000	70	14	83.8	12	1.4	0.4	---	1.2	---	---	1.2	---	83,6
BL-4	1000	70	6	65.3	28.1	2.7	0.6	---	---	0.5	---	2.8	---	71,2
BL-5	1000	70	14	64.8	27.9	2.7	---	---	---	0.4	---	4.2	---	71,8
BL-6	1000	45	10	99.5	---	---	---	---	---	0.5	---	---	---	62,8
氧化步骤	1000	55	6	57.1	31.7	---	---	---	---	---	3.2	8	---	63,0
α-Al_2O_3 (步骤 1)	1000	55	30	93	---	---	---	---	1.4	1.4	2.8	1.4	---	71,5
α-Al_2O_3 (步骤 2)	1000	75	320	95.2	---	---	---	---	0.9	0.8	2.8	---	0.3	130,3

“BL”=结合层(多层)

[0137]

表 4：测量的参数

#	样品	TiCN 厚度[μm]	TiCN TC(4 2 2)	Al_2O_3 TC(0 0 12)	A 粘附性	Z 粘附性	TiCN#子层 [#-ML]
1	WAG1719_V40	13.8	6.1	7.4	3.0	2.0	1
2	4WAG25	10.1	5.1	6.0	3.0	2.2	1
3	4WAG44	9.0	5.3	6.3	2.2	1.9	6
4	4WAG48	10.4	5.2	6.1	2.2	1.6	7
5	4WAG28.1	7.9	3.9	5.5	1.1	1.6	19
6	4WAG28.2	7.7	3.9	5.4	1.1	1.9	19
7	4WAG49	8.7	4.1	5.9	1.4	1.6	19
8	4WAG51	10.3	5.2	6.2	2.3	1.4	7
9	4WAG55	9,2	4.5	6.0	1.5	2.0	25
10	4WAG56	9,6	4.8	5.8	1.5	1.9	21
11	4WAG59	9,7	4.9	6.2	2.0	1.8	17
12	4WAG60	10.4	4.9	6.2	1.8	1.5	17

[0138] 表3:本发明样品和比较样品中的TiCN涂层序列

[0139]

#	样品#	MT TiCN-“X”层序列	沉积时间[分钟]	总层数	厚度[μm]
1	WAG1719_V40	1×C	320	1	13.8
2	4WAG25	1×D	320	1	10.1
3	4WAG44	1×B	270	6	9.0
		2×(A + B)	2×(7 +25)		
		1×A	32		
4	4WAG48	1×B	300	7	10.4
		3×(A + B)	3×(7 +25)		
5	4WAG28.1	9×(B + A)	9×(25 +7)	19	7.9
		1×B	32		
6	4WAG28.2	9×(B + A)	9×(25 +7)	19	7.7
		1×B	32		
7	4WAG49	9×(B + A)	9×(30 +10)	19	8.7
		1×B	30		
8	4WAG51	1×B	300	7	10.3
		3×(A + B)	3×(7 +25)		
9	4WAG55	1×F	25	25	9.2
		12×(E + F)	12×(7 +25)		
10	4WAG56	1×B	70	21	9.6
		10×(A + B)	10×(7 +25)		
11	4WAG59	1×B	134	17	9.7
		8×(A + B)	8×(7 +25)		
12	4WAG60	1×B	134	17	10.4
		8×(A + B)	8×(7 +25)		
		12×(A + B)			

[0140] 韧性测试

[0141] 对参照样品(1246260)和两个本发明样品(4WAG51和4WAG55)进行刃线韧性测试。如上所述,对各样品进行后处理,“TS+TT”=干式喷砂和随后的湿式喷砂。早在达到70%的刃线损坏(ELD)(工具寿命终止标准#1)之前,所有样品就达到或超过了0.3mm的后刀面磨损$VB_{最大}$(工具寿命终止标准#2)。因此,在由于后刀面磨损而导致工具寿命终止后,对于各样品确定ELD。结果如下表5和图5中所示。

[0142] 表5:刃线韧性测试

[0143]

样品#	#次循环直到 $VB_{最大}$>0.3 mm	4 次循环后的后刀面磨损宽度 $VB_{最大}$[mm]	6 次循环后的后刀面磨损宽度 $VB_{最大}$[mm]	工具寿命终止后的 ELD
参照 1246260	4	0.36	---	35 %
4WAG51	>7	0.15	0.26	31 %
4WAG55	6	0.22	0.34	29 %

[0144] 月牙洼磨损

[0145] 如上所述,对本发明样品4WAG51和4WAG60以及参照样品1246260分别进行12分钟和15分钟的月牙洼磨损测试(在C45E钢中进行车削操作)。图3示出了本发明样品的观察到的(LOM)磨损。(图3a=4WAG51,12分钟;图3b=4WAG51,15分钟,图3c=4WAG60,12分钟;图3d

＝4WAG60,15分钟;图3e＝1246260,12分钟;图3f＝1246260,15分钟)。结果显示,本发明样品和参照样品在12分钟后的月牙洼磨损相似,但在15分钟后,本发明样品的磨损仍然是可接受的,而参照样品的切削刃以及前刀面和后刀面几乎完全被摧毁。图4示出了月牙洼磨损测试中每3分钟循环后样品的后刀面磨损。

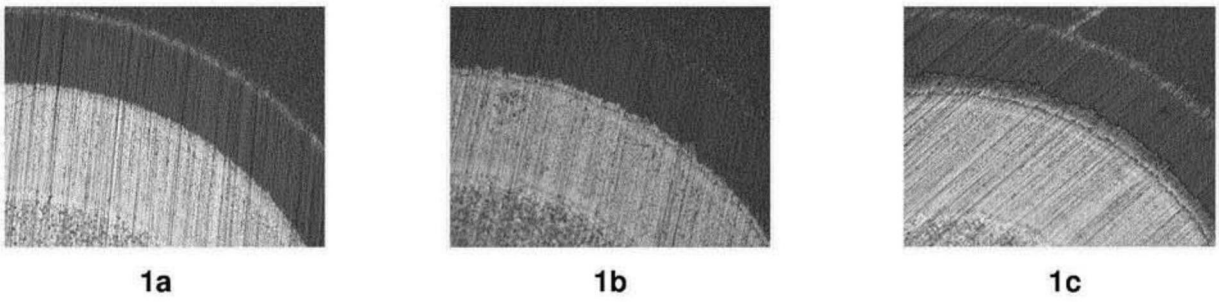

1a
1b
1c

图1

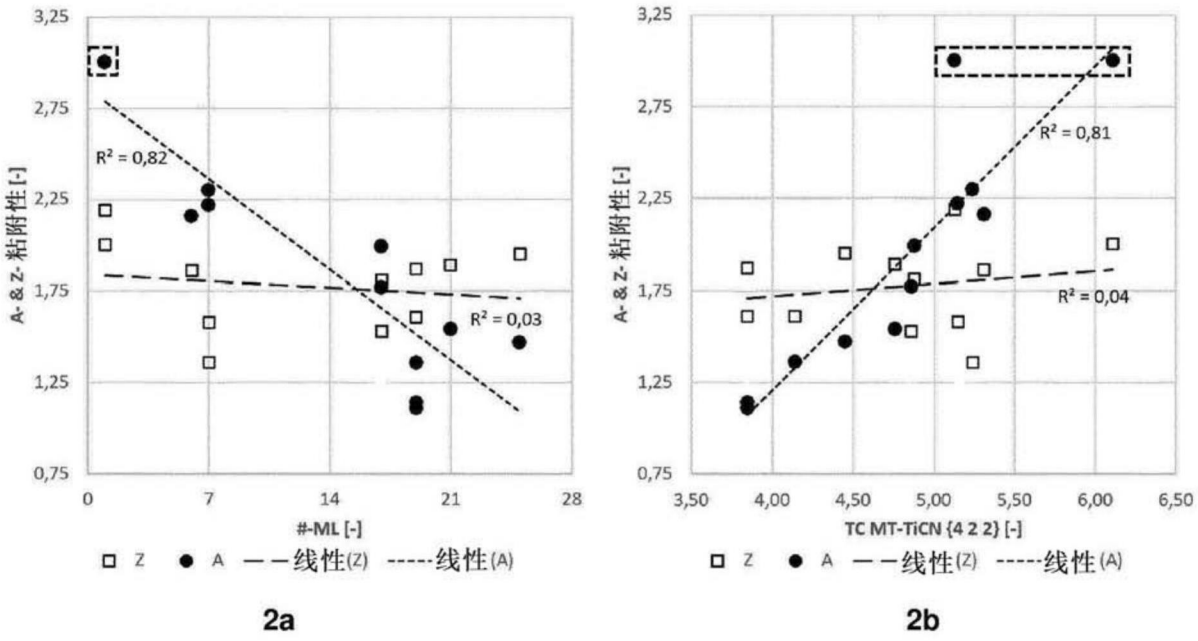
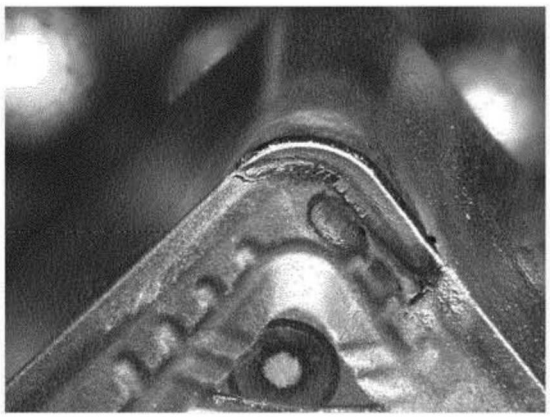
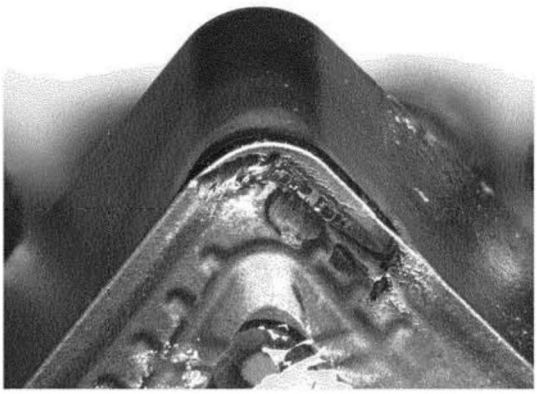

3,25
2,75
2,25
1,75
1,25
0,75
A- & Z- 粘附性 [-]
R² = 0,82
R² = 0,03
0
7
14
21
28
#-ML [-]
Z
A
线性(Z)
线性(A)
2a
3,50
4,00
4,50
5,00
5,50
6,00
6,50
TC MT-TiCN {4 2 2} [-]
R² = 0,81
R² = 0,04
2b

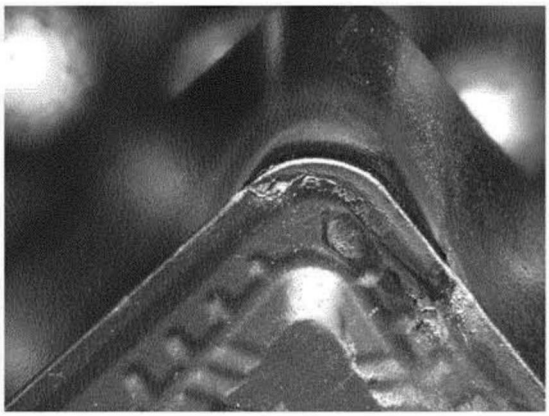
图2



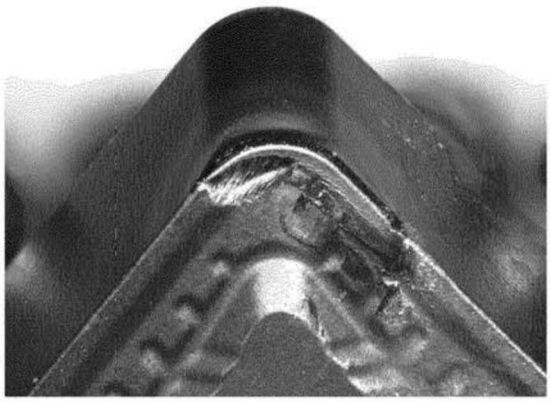
3a



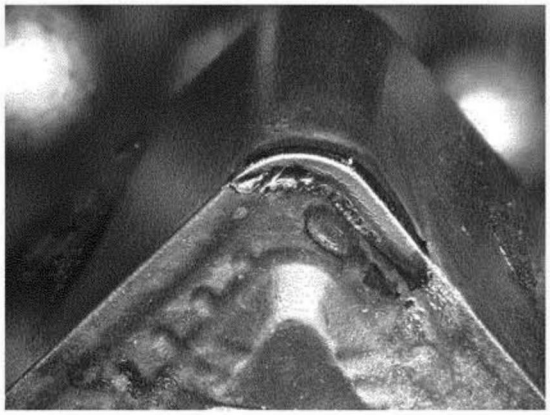
3b



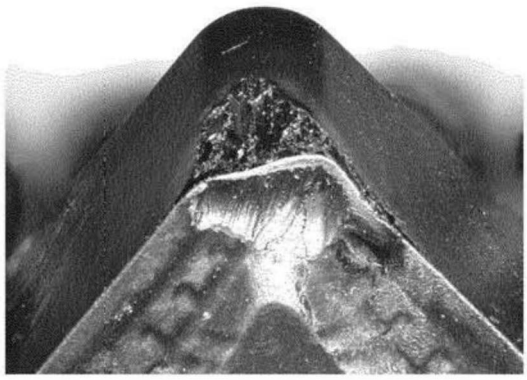
3c



3d



3e



3f

图3

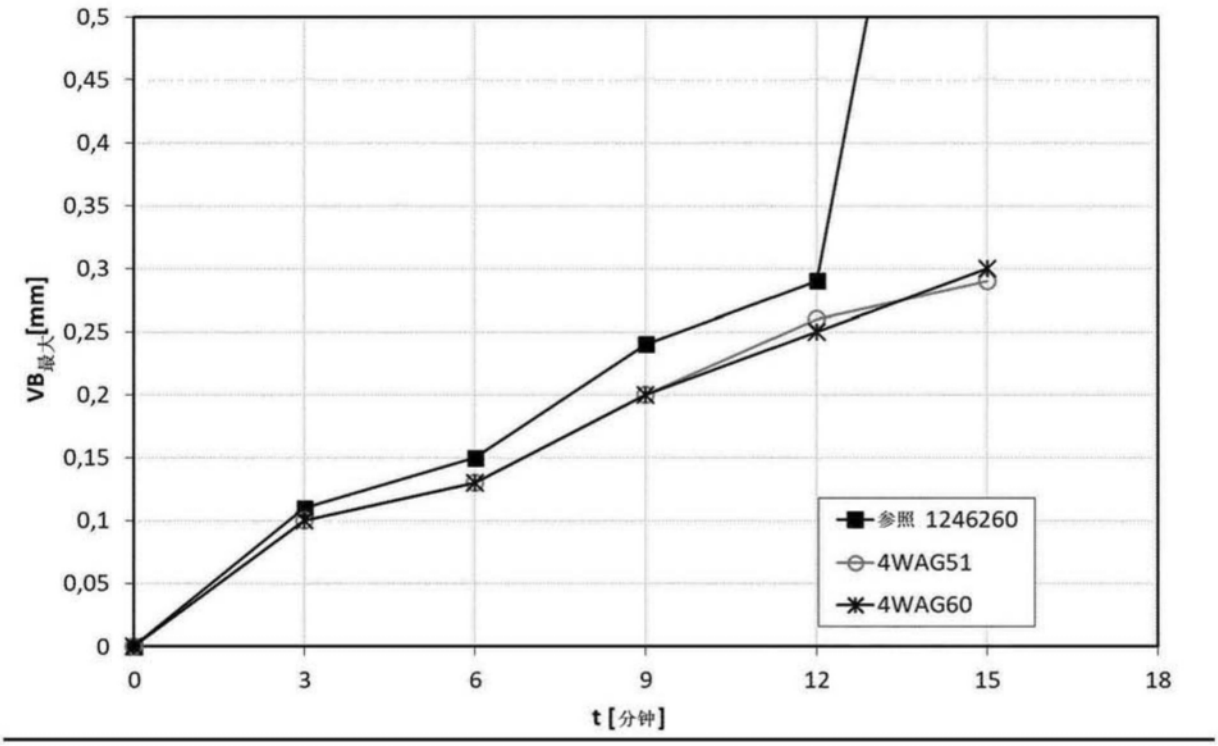

0,5
0,45
0,4
0,35
0,3
0,25
0,2
0,15
0,1
0,05
0
VB最大[mm]
0
3
6
9
12
15
18
t [分钟]
参照 1246260
4WAG51
4WAG60

图4

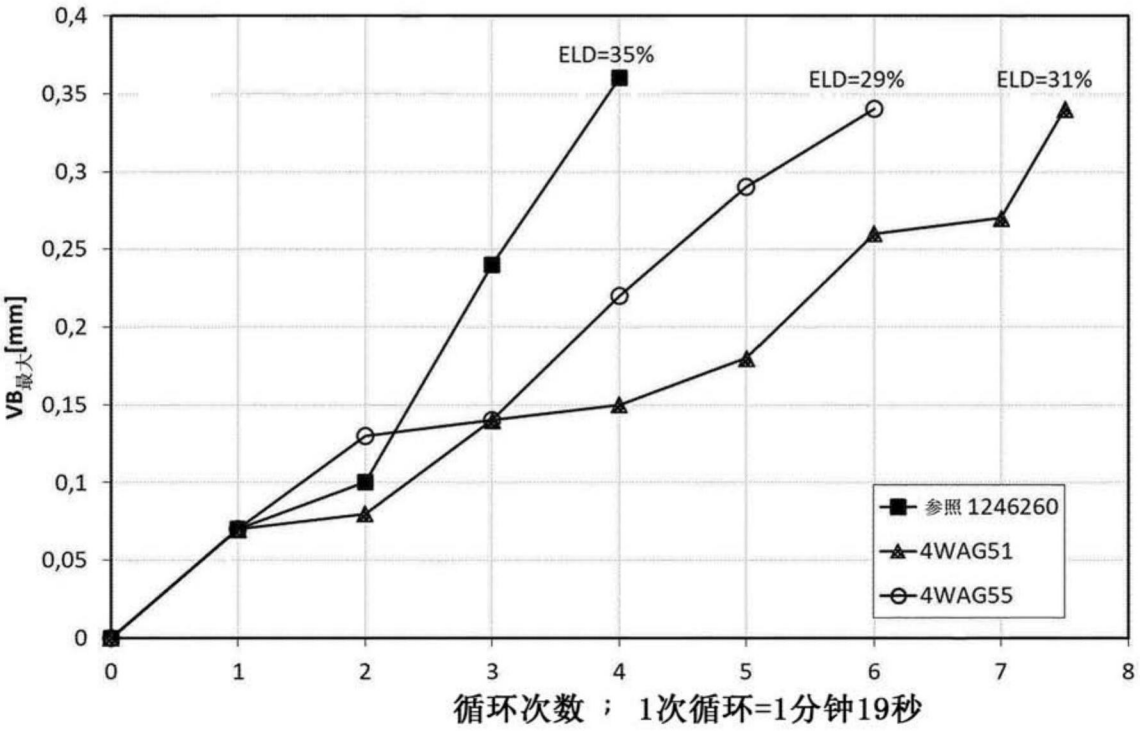

0,4
0,35
0,3
0,25
0,2
0,15
0,1
0,05
0
VB最大[mm]
ELD=35%
ELD=29%
ELD=31%
0
1
2
3
4
5
6
7
8
循环次数 ； 1次循环=1分钟19秒
参照 1246260
4WAG51
4WAG55

图5

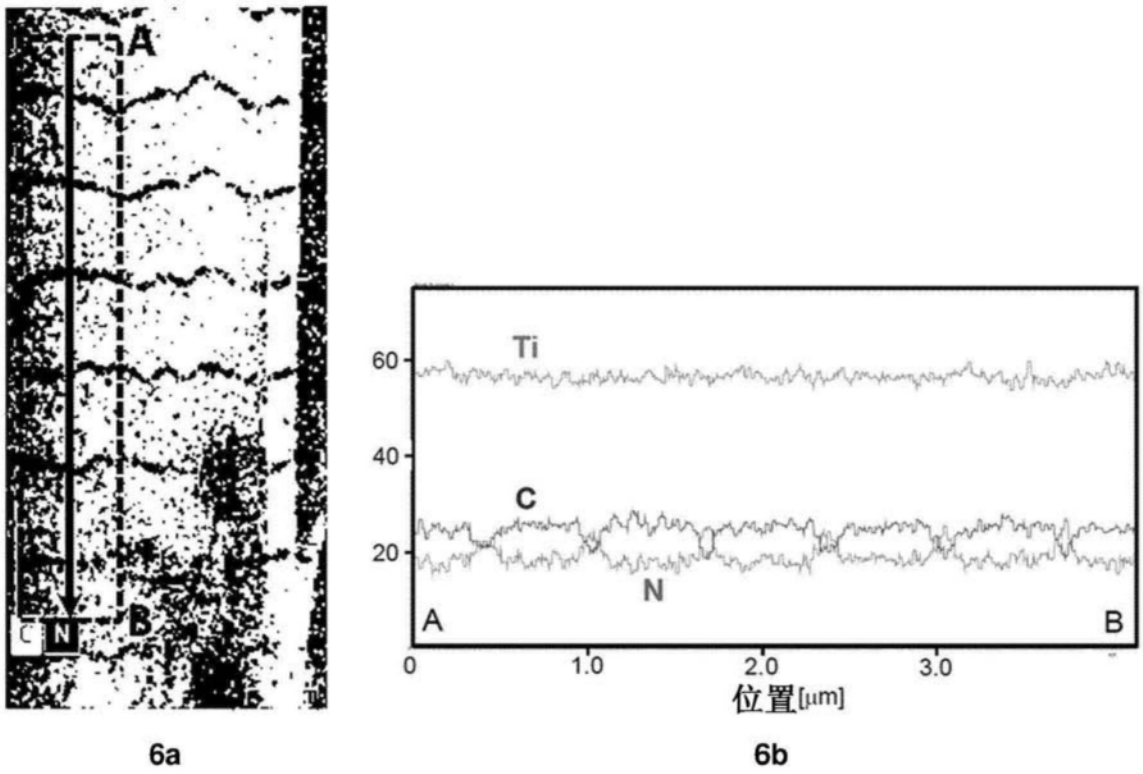


图6