



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 117355636 A

(43) 申请公布日 2024. 01. 05

(21) 申请号 202280036994.5

(22) 申请日 2022.05.25

(30) 优先权数据

21176132.5 2021.05.27 EP

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2023.11.22

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/EP2022/064141 2022.05.25

(87) PCT国际申请的公布数据

W02022/248521 EN 2022.12.01

(71) 申请人 山特维克科洛曼特公司

地址 瑞典桑德维肯

(72) 发明人 里纳斯·冯菲安特

拉卢卡·莫尔然布伦宁

扬·恩奎斯特

(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.

G23C 28/04 (2006.01)

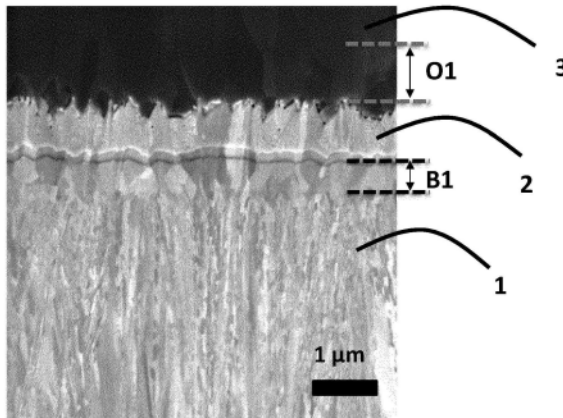
权利要求书2页 说明书11页 附图6页

(54) 发明名称

涂覆的切削工具

(57) 摘要

本发明涉及一种切削工具,包含至少部分地涂覆有涂层的基体,所述涂层包含 α - Al_2O_3 层,其中所述 α - Al_2O_3 层包含从结合层延伸1 μm 的O1部分,其中在利用电子背散射衍射(EBSD)在所述 α - Al_2O_3 层的横截面上进行测量时所述O1部分表现出如下取向,其中 $\geq 80\%$ 的分析区域具有与所述 α - Al_2O_3 层的表面法线成15度以内的 $\langle 001 \rangle$ 方向,其中所述 α - Al_2O_3 层的表面法线平行于所述基体表面的表面法线。



1. 一种切削工具,包含至少部分地涂覆有涂层的基体,所述涂层包含 α - Al_2O_3 层,其中所述 α - Al_2O_3 层包含从结合层延伸 $1\mu\text{m}$ 的O1部分,其中在利用电子背散射衍射 (EBSD) 在所述 α - Al_2O_3 层的横截面上进行测量时所述O1部分表现出如下取向,其中 $\geq 80\%$ 、优选 $\geq 90\%$ 、更优选 $\geq 95\%$ 、最优选 $\geq 97\%$ 的分析区域具有与所述 α - Al_2O_3 层的表面法线成 15° 度以内的 $\langle 001 \rangle$ 方向,其中所述 α - Al_2O_3 层的表面法线平行于基体表面的表面法线。

2. 根据权利要求1所述的切削工具,其中所述涂层包含Ti (C,N) 层、 α - Al_2O_3 层以及其间的结合层,其中厚度为 $3\text{-}25\mu\text{m}$ 的所述Ti (C,N) 层由柱状晶粒构成,其中所述Ti (C,N) 层的、使用利用 $\text{CuK}\alpha$ 辐射的X射线衍射所测量的平均晶粒尺寸 D_{422} 为 $25\text{-}50\text{nm}$,所述晶粒尺寸 D_{422} 是根据谢乐公式由(422)峰的半峰全宽 (FWHM) 计算的:

$$D_{422} = \frac{K\lambda}{B_{422} \cos\theta}$$

其中 D_{422} 是所述Ti (C,N) 的平均晶粒尺寸,K是形状因子且在此设定为 0.9 , λ 是 $\text{CuK}\alpha$ 辐射的波长且在此设定为 1.5405 \AA , B_{422} 是(422)反射的FWHM值,并且 θ 是布拉格角,

其中所述Ti (C,N) 层包含与所述结合层相邻的B1部分,并且其中B1部分中的Ti (C,N) 晶粒的平均晶粒尺寸大于所述Ti (C,N) 层的整个厚度上的平均晶粒尺寸 D_{422} ,在所述Ti (C,N) 层的B1部分中,在利用透射菊池衍射 (TKD) 在所述Ti (C,N) 层的B1部分的与所述基体表面平行延伸的平面视图上测量时,所述Ti (C,N) 晶粒的平均晶粒尺寸为 $130\text{nm}\text{-}165\text{nm}$ 。

3. 根据前述权利要求中的任一项所述的切削工具,其中所述 α - Al_2O_3 层表现出根据哈里斯公式定义的、通过利用 $\text{CuK}\alpha$ 辐射和 θ - 2θ 扫描的X射线衍射所测量的织构系数TC(hkl):

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

其中 $I(\text{hkl})$ 是(hkl)反射的测量强度(积分面积), $I_0(\text{hkl})$ 是根据ICDD的PDF卡片第00-010-0173号的标准强度,n是计算中所使用的反射次数,并且其中所使用的(hkl)反射是(1 0 4)、(1 1 0)、(1 1 3)、(0 2 4)、(11 6)、(2 1 4)、(3 0 0)和(0 0 12),其特征在于,TC(0 0 12) ≥ 7.5 、优选 ≥ 7.7 、更优选 ≥ 7.8 。

4. 根据前述权利要求中的任一项所述的切削工具,其中所述 α - Al_2O_3 层表现出织构系数TC(110) ≤ 0.2 、优选 ≤ 0.1 。

5. 根据前述权利要求中的任一项所述的切削工具,其中所述 α - Al_2O_3 层的平均厚度为 $1\mu\text{m}\text{-}15\mu\text{m}$ 、优选 $3\text{-}10\mu\text{m}$ 。

6. 根据前述权利要求中的任一项所述的切削工具,其中在利用透射菊池衍射 (TKD) 在与所述基体表面平行延伸的平面视图上测量时,所述Ti (C,N) 层的所述B1部分中的所述Ti (C,N) 层表现出如下取向,其中 $\geq 93\%$ 、优选 $\geq 95\%$ 的分析区域具有与所述Ti (C,N) 层的表面法线成 15° 度以内的 $\langle 211 \rangle$ 方向,其中所述Ti (C,N) 层的表面法线平行于所述基体表面的表面法线。

7. 根据前述权利要求中的任一项所述的切削工具,其中所述Ti (C,N) 层的所述B1部分的厚度为 $0.5\text{-}1.5\mu\text{m}$ 、优选 $0.6\text{-}0.9\mu\text{m}$ 、最优选 $0.6\text{-}0.8\mu\text{m}$ 。

8. 根据前述权利要求中的任一项所述的切削工具,其中所述Ti (C,N) 层表现出利用 CuK

α 辐射和 θ - 2θ 扫描所测量的X射线衍射图案,其中TC(hk1)是根据哈里斯公式定义的,其中I(hk1)是(hk1)反射的测量强度(积分面积), I_0 (hk1)是根据ICDD的PDF卡片第42-1489号的标准强度,n是反射次数,计算中所使用的反射是(1 1 1)、(2 0 0)、(2 2 0)、(3 1 1)、(3 3 1)、(4 2 0)和(4 2 2),其中TC(422) \geq 3、优选 \geq 4。

9.根据前述权利要求中的任一项所述的切削工具,其中Ti(C,N)的所述晶粒尺寸 D_{422} 为25-40nm、优选25-35nm。

10.根据前述权利要求中的任一项所述的切削工具,其中所述Ti(C,N)层的平均厚度为4-20 μ m、优选5-15 μ m。

11.根据前述权利要求中的任一项所述的切削工具,其中所述结合层包含选自钛碳氧化物、钛氮氧化物和钛碳氧氮化物中的至少一种化合物。

12.根据前述权利要求中的任一项所述的切削工具,其中所述结合层的平均厚度为0.25-2.5 μ m、优选0.5-2.0 μ m。

13.根据前述权利要求中的任一项所述的切削工具,其中所述涂层的平均厚度为5 μ m-30 μ m、优选10-20 μ m。

14.根据前述权利要求中的任一项所述的切削工具,其中所述基体是硬质合金、金属陶瓷或陶瓷。

涂覆的切削工具

技术领域

[0001] 本发明涉及一种包含基体和涂层的涂覆的切削工具,其中所述涂层是通过CVD沉积的并且包含Ti(C,N)层和 α -Al₂O₃层。

背景技术

[0002] 在金属切削工业中,涂覆的切削工具是本领域中公知的。CVD涂覆的切削工具和PVD涂覆的切削工具是两种最主要类型的涂覆的切削工具。这些涂层的优点是高耐化学性和高耐磨损性,这对于实现涂覆的切削工具的长工具寿命是重要的。已知包含Ti(C,N)层以及氧化铝层的CVD涂层在例如钢的车削或铣削中表现良好。

[0003] EP3034653A1公开了一种设置有耐磨涂层的涂覆的切削工具,所述涂层包含001取向的 α -Al₂O₃层。

[0004] 本发明的一个目的是提供一种用于金属切削的涂覆的切削工具,所述涂覆的切削工具有非常高的耐磨性,尤其是在钢的金属切削期间提高了耐后刀面磨损和耐月牙洼磨损。

发明内容

[0005] 上述目的中的至少一者是通过根据项1所述的切削工具来实现的。优选的实施方式公开在从属项中。

[0006] 本发明涉及一种切削工具,包含至少部分地涂覆有涂层的基体,所述涂层包含 α -Al₂O₃层,其中所述 α -Al₂O₃层包含从结合层延伸1 μ m的O1部分,其中在利用电子背散射衍射(EBSD)在所述 α -Al₂O₃层的横截面上进行测量时所述O1部分表现出如下取向,其中 $\geq 80\%$ 、优选 $\geq 90\%$ 、更优选 $\geq 95\%$ 、最优选 $\geq 97\%$ 的分析区域具有与所述 α -Al₂O₃层的表面法线成15度以内的 $\langle 001 \rangle$ 方向,其中所述 α -Al₂O₃层的表面法线平行于所述基体表面的表面法线。

[0007] 所述 α -Al₂O₃层在O1区域、即在所述 α -Al₂O₃层的与所述结合层相邻的最下部中的这种高取向在有助于在钢的车削中提高耐一次和二次后刀面磨损以及提高耐月牙洼磨损方面已显示出意想不到的优势。

[0008] 在本发明的一个实施方式中,所述切削工具包含至少部分地涂覆有涂层的基体,所述涂层包含Ti(C,N)层、 α -Al₂O₃层以及其间的结合层,其中厚度为3-25 μ m的所述Ti(C,N)层由柱状晶粒构成,其中所述Ti(C,N)层的、使用利用CuK α 辐射的X射线衍射所测量的平均晶粒尺寸D₄₂₂为25-50nm,所述晶粒尺寸D₄₂₂是根据谢乐公式由(422)峰的半峰全宽(FWHM)计算的:

$$[0009] \quad D_{422} = \frac{K\lambda}{B_{422} \cos\theta}$$

[0010] 其中D₄₂₂是所述Ti(C,N)的平均晶粒尺寸,K是形状因子且在此设定为0.9, λ 是CuK α 辐射的波长且在此设定为1.5405 Å,B₄₂₂是(422)反射的FWHM值, θ 是布拉格角,其中所述Ti(C,N)层包含与所述结合层相邻的B1部分,并且其中B1部分中的Ti(C,N)晶粒的平均晶粒尺

寸大于整个Ti (C,N)层的平均晶粒尺寸 D_{422} ,在所述Ti (C,N)层的B1部分中,在利用TKD(透射菊池衍射)在与所述基体表面平行延伸的平面视图上的 $5 \times 5 \mu\text{m}$ 分析区域中测量时,所述Ti (C,N)晶粒的平均晶粒尺寸为130-165nm。

[0011] 在本发明的一个实施方式中,这种所述 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 层下部中的取向增加是通过在所述Ti (C,N)沉积结束时改变沉积工艺条件来实现的,使得一些细Ti (C,N)晶粒变宽并形成更粗晶粒化的Ti (C,N)部分。其后,再次改变工艺条件,这次是为了提供所述Ti (C,N)晶粒的最佳外表面。以这种方式,所形成的所述Ti (C,N)的最外表面与所述粗晶粒化的Ti (C,N)的最外表面相似,已知所述粗晶粒化的Ti (C,N)是在所述结合层之前沉积至所述 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 层的有前途的层。如果所述B1部分中的平均晶粒尺寸太小,则随后沉积的 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 层的粘性不会增加。如果B1部分中的平均晶粒尺寸太大,则随后的 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 的取向度会降低。

[0012] 由于分辨率有限,难以在SEM中研究非常细晶粒化的Ti (C,N)的晶粒尺寸。在此,所述Ti (C,N)层的细晶粒化的部分的平均晶粒尺寸改为经由XRD和谢乐公式来定义。尽管来自XRD的信号也包括来自更粗晶粒化的Ti (C,N)B1部分的信息,但认为这种贡献是有限的。

[0013] 另一方面,对所述粗晶粒化的B1部分中的晶粒尺寸的研究具有的挑战在于,它只是所述Ti (C,N)层的一部分,由此必须选择精度非常高的方法。选择利用TKD的平面视图研究,因为所获得的信息既包括关于晶粒尺寸的信息,也包括关于非常局部尺度上的Ti (C,N)晶粒取向的信息。

[0014] 在本发明的一个实施方式中,所述的层,其中所述 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 层表现出根据哈里斯公式(Harris formula)定义的、通过利用CuK α 辐射和 $\theta\text{-}2\theta$ 扫描的X射线衍射所测量的织构系数TC(hkl):

$$[0015] \quad \text{TC}(\text{hkl}) = \frac{I(\text{hkl})}{I_0(\text{hkl})} \left[\frac{1}{n} \sum_{n=1}^n \frac{I(\text{hkl})}{I_0(\text{hkl})} \right]^{-1}$$

[0016] 其中I(hkl)是(hkl)反射的测量强度(积分面积), $I_0(\text{hkl})$ 是根据ICDD的PDF卡片第00-010-0173号的标准强度,n是计算中所使用的反射次数,并且其中所使用的(hkl)反射是(1 0 4)、(1 1 0)、(1 1 3)、(0 2 4)、(11 6)、(2 1 4)、(3 0 0)和(0 0 12),其特征在于, $\text{TC}(0 0 12) \geq 7.5$ 、优选 ≥ 7.7 、更优选 ≥ 7.8 。

[0017] 在本发明的一个实施方式中,所述的层,其中所述 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 层表现出 $\text{TC}(110) \leq 0.2$ 、优选 ≤ 0.1 。

[0018] 在本发明的一个实施方式中,所述 Al_2O_3 层是 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 层,优选所述 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 层的平均厚度为 $1 \mu\text{m}$ - $15 \mu\text{m}$ 、优选 3 - $10 \mu\text{m}$ 。

[0019] 在本发明的一个实施方式中,在利用TKD在与所述基体表面平行延伸的所述Ti (C,N)层的平面视图上、在至少 $5 \times 5 \mu\text{m}$ 的区域中测量时,在所述Ti (C,N)层的所述B1部分中的所述Ti (C,N)层表现出如下取向,其中 $\geq 93\%$ 、优选 $\geq 95\%$ 的分析区域具有与所述Ti (C,N)层的表面法线成 15° 以内的 $\langle 211 \rangle$ 方向,其中所述Ti (C,N)层的表面法线平行于所述基体表面的表面法线。

[0020] Ti (C,N)层的最接近所述结合层并由此也最接近所述 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 层的、具有沿 $\langle 211 \rangle$ 方向的高取向的部分被认为在试图沉积高度001取向的 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 层方面是有利的。如果分析区

域中小于93%具有与所述Ti(C,N)层的表面法线成15度以内的<211>方向,则随后的 α -Al₂O₃层的001取向将不太明显。

[0021] 在本发明的一个实施方式中,所述Ti(C,N)层的所述B1部分在所述涂层的生长方向上所测量的厚度为0.5-1.5 μ m、优选0.6-0.9 μ m、最优选0.6-0.8 μ m。

[0022] 细晶粒化的Ti(C,N)作为耐磨层是有利的,这可能是由于其大量的晶界或由于所述层的厚度更平滑或更均匀。因此,所述TiCN层的细晶粒化的部分应当是相对厚的。有助于增加粘附性和增加取向的所述粗晶粒化的部分应当相对有限,所述B1部分的厚度优选为0.5-1.5 μ m、更优选0.6-0.9 μ m、最优选0.6-0.8 μ m。如果所述B1部分太薄,则粘附性和/或取向将不会增强。

[0023] 在本发明的一个实施方式中,所述Ti(C,N)层表现出利用CuK α 辐射和 θ -2 θ 扫描所测量的X射线衍射图案,其中TC(hk1)是根据哈里斯公式定义的,其中I(hk1)是(hk1)反射的测量强度(积分面积),I₀(hk1)是根据ICDD的PDF卡片第42-1489号的标准强度,n是反射次数,计算中所使用的反射是(1 1 1)、(2 0 0)、(2 2 0)、(3 1 1)、(3 3 1)、(4 2 0)和(4 2 2),其中TC(422)≥3、优选≥4。

[0024] 在本发明的一个实施方式中,Ti(C,N)的晶粒尺寸D₄₂₂为25-40nm、优选25-35nm。细晶粒化的Ti(C,N)与 α -Al₂O₃层之间的粘附性增加对于具有非常细晶粒的Ti(C,N)层例如当Ti(C,N)的晶粒尺寸D₄₂₂为25-40nm或者甚至25-35nm时是尤其有利的。

[0025] 在本发明的一个实施方式中,所述Ti(C,N)层的平均厚度为4-20 μ m、优选5-15 μ m。

[0026] 在本发明的一个实施方式中,所述结合层包含选自钛碳氧化物、钛氮氧化物和钛碳氧氮化物中的至少一种化合物。

[0027] 钛碳氧化物、钛氮氧化物或钛碳氧氮化物的结合层的优势在于,它能够提供所述Ti(C,N)层与所述 α -Al₂O₃层之间的外延关系。

[0028] 在本发明的一个实施方式中,所述结合层的平均厚度为0.25-2.5 μ m、优选0.5-2.0 μ m。

[0029] 在本发明的一个实施方式中,所述涂层的平均厚度为5.0 μ m-30.0 μ m、优选10-20 μ m。

[0030] 在本发明的一个实施方式中,所述基体是硬质合金、金属陶瓷或陶瓷。

[0031] 本发明的Ti(C,N)层中(通过电子微探针分析所测量的)所含的碳对碳与氮之和的原子比(C/(C+N))优选为0.50-0.65、更优选0.55-0.62。

[0032] 从如下定义和结合附图考虑的实施例中,本发明的其它目的和特征将变得明显。

[0033] 定义

[0034] 术语“切削工具”在本文中意在表示适合于金属切削应用的切削工具,如刀片、立铣刀或钻头。应用领域例如可以为金属如钢的车削、铣削或钻削。

[0035] 方法

[0036] Ti(C,N)层的平均晶粒尺寸,D₄₂₂

[0037] 为了研究所述Ti(C,N)层中Ti(C,N)晶粒的平均晶粒尺寸,使用配备有PIXcel检测器的PANalytical CubiX3衍射仪在后刀面上进行X射线衍射(XRD)。将所述涂覆的切削工具安装在样品固定器中,以确保样品的后刀面平行于样品固定器的基准表面并还确保后刀面处于适当的高度。使用Cu-K α 射线用于测量,电压为45kV,电流为40mA。使用1/2度的防散射

狭缝和1/4度的发散狭缝。在20°至140°的2 θ 范围内、即从10°至70°的入射角 θ 范围内测量来自所述涂覆的切削工具的衍射强度。使用PANalytical公司的X'Pert HighScore Plus软件进行数据分析,包括数据的背景拟合、Cu-K α_2 去除和分布拟合。

[0038] 使用从PANalytical公司的X'Pert HighScore Plus软件获得的分布拟合曲线的积分半峰全宽,以根据谢乐公式(Eq1) (Birkholz, 2006年) 计算层的晶粒尺寸。

[0039] 平均晶粒尺寸 D_{422} 根据谢乐公式由(422)峰的半峰全宽(FWHM)计算:

$$[0040] \quad D_{422} = \frac{K\lambda}{B_{422} \cos\theta} \quad (1)$$

[0041] 其中 D_{422} 是所述Ti (C,N)的平均晶粒尺寸,K是形状因子且在此设定为0.9, λ 是CuK α_1 射线的波长且在此设定为1.5405 Å, B_{422} 是(422)反射的FWHM值,并且 θ 是布拉格角,即入射角。

[0042] 从所述测量获得的FWHM含有来自仪器的增宽和由小晶粒尺寸引起的增宽二者。为了补偿这一点,使用高斯近似(Birkholz, 2006年)。 B_{422} 是减去仪器增宽(0,00174533弧度)后FWHM处的线增宽(以弧度计),并在公式(2)中定义:

$$[0043] \quad B_{422} = \sqrt{(\text{FWHM}_{\text{obs}})^2 - (\text{FWHM}_{\text{ins}})^2} \quad (2)$$

[0044] 其中 B_{422} 是用于晶粒尺寸计算的增宽(以弧度计), FWHM_{obs} 是测量增宽(以弧度计), FWHM_{ins} 是仪器增宽(以弧度计)。

[0045] 由于所述Ti (C,N)层上方可能的其它层会影响进入所述Ti (C,N)层和离开整个涂层的X射线强度,因此需要考虑层中相应化合物的线性吸收系数来对这些做出校正。或者,可以通过不会实质影响XRD测量结果的方法如化学蚀刻来除去所述Ti (C,N)单层上方的其它层。

[0046] Ti (C,N)的B1部分的晶粒尺寸和取向

[0047] 在所述Ti (C,N)层最上区域、位于最接近将所述Al₂O₃层结合至所述Ti (C,N)层的结合层的区域B1中,所述Ti (C,N)的晶粒增大以改善粘附性。经由所述区域B1的平面视图来分析该区域中所述Ti (C,N)晶粒的平均晶粒度。该平面视图在与所述基体的表面平行的平面中延伸,因此可以研究柱状晶粒的宽度,而不会受到来自例如重叠晶粒的任何干扰。

[0048] 通过FIB原位提取技术(Langford&Clinton, 2004年)制造感兴趣的区域的平面视图薄箔试样来生产用于B1区域的晶粒面积分析的样品。所述样品是从抛光的横截面上提取的。所述样品制备使用了采用Ga⁺离子源的Helios NanoLab 650。

[0049] 对感兴趣的区域在边缘处用79pA离子电流和3kV加速电压对表面进行十字蚀刻来标记,以确保感兴趣的区域正好在试样的中心。随后,使用利用430pA离子电流和30kV加速电压沉积的大约2 μm 厚的保护性Pt层来涂覆该区域。在保护性Pt沉积之后,使用公知的原位提取技术(Langford&Clinton, 2004年)来制备样品。

[0050] 将试样减薄到<200nm的厚度,以确保电子透明度。

[0051] 在配备有Oxford-symmetry EBSD检测器的Helios NanoLab 650中,通过使用透射菊池衍射(TKD)分析B1区域中的晶粒尺寸。使用20kV加速电压和13-26nA射束电流。以10nm的步长分析至少5 \times 5 μm (至少640个晶粒)的区域,使用Speed Ibinning mode (622 \times 512像素)。使用Aztec Crystal软件包(v2.0)分析平均晶粒尺寸(等效圆),应用Aztec Crystal软

件(v2.0)的一次自动清理用于温和降噪。分析样品使得试样的表面平行于基体表面,从而确保平面取向之外的涂层平行于样品法线。将晶粒检测阈值设定为 10° 和至少40个像素的区域。

[0052] 取向测定为分析区域的与设定轴成特定角偏差以内的以(%)计的量。对于区域B1,选择 $\langle 211 \rangle \text{Ti (C,N)}$ 方向作为平行于表面法线的方向。取向计算为分析区域的与 $\langle 211 \rangle \text{Ti (C,N)}$ 方向偏离 $\leq 15^\circ$ 的量。使用Aztec Crystal软件(v2.0)用于确定取向。

[0053] 将电化学学会杂志(J.Electrochem.Soc.) [JES0AN], (1950年),第97卷,299-304页中的Ti(C,N)参照图样用于Ti(C,N)测量,使用89个反射器用于测量。

[0054] 最下 Al_2O_3 -01部分的取向

[0055] 所述 Al_2O_3 层的靠近所述结合层的部分在本发明中是非常高度取向的。为了分析这一区域,制备了所述涂层的横截面,并通过EBSD详细研究了从所述结合层延伸 $1\mu\text{m}$ 高度的所述01部分中的 Al_2O_3 晶粒。抛光横截面的制备通过如下步骤进行:将各CNMG120408-PM刀片安装在AKASE的黑色导电酚醛树脂中,其后将其磨约 1mm ,然后分两步抛光:使用金刚石浆液的粗抛光($9\mu\text{m}$)和细抛光($1\mu\text{m}$)。应用使用胶体二氧化硅溶液的最终抛光。

[0056] 所述 Al_2O_3 的最下部分的取向测定为分析区域的与设定轴成特定角偏差以内的以(%)计的量。对于所述01部分,选择 $\langle 001 \rangle \text{Al}_2\text{O}_3$ 方向作为平行于表面法线的方向。取向计算为分析区域的与 $\langle 001 \rangle \text{Al}_2\text{O}_3$ 方向偏离 $\leq 15^\circ$ 的量。

[0057] 以 50nm 的步长分析至少 $80\mu\text{m}$ 宽的区域,使用Speed 1 binning mode (622×512 像素)。为了分析01的取向,沿尺寸为 $10\mu\text{m}$ 宽和 $1\mu\text{m}$ 高的界面随机选择了01的四个矩形的部分。取向计算为所述四个矩形部分的平均。对数据应用一次自动清理步骤和一次使用5个最近邻级别的零解清除。使用Aztec Crystal软件(v2.0)用于确定取向。

[0058] 所述01部分的取向使用均配备有Oxford-symmetry EBSD检测器的Zeiss Supra 55和Helios NanoLab 650来分析。使用 20kV 加速电压和 $13\text{-}26\text{nA}$ 射束电流。将样品安装在 70° 预倾斜的样品固定器上,以确保最大收集效率。

[0059] 晶体学报B辑(Acta Crystallogr, Sec B) [ACBCAR],第49B卷973-980页中的氧化铝(α)参照图样用于 Al_2O_3 测量,使用89个反射器用于测量。

[0060] SEM研究

[0061] 抛光横截面和样品顶表面的SEM研究是在使用 $30\mu\text{m}$ 孔径、在 3kV 加速电压下工作的Carl Zeiss AG-Supra 40型中进行的。使用二次电子检测器获取图像。

[0062] Ti(C,N)和 Al_2O_3 的X射线衍射测量

[0063] 为了研究整个层的结构,使用配备有PIXcel检测器的PANalytical CubiX3衍射仪在切削工具刀片的后刀面上进行X射线衍射。将所述涂覆的切削工具刀片安装在样品固定器中,以确保所述切削工具刀片的后刀面平行于所述样品固定器的基准表面并还确保所述后刀面处于适当的高度。使用Cu- $K\alpha$ 射线用于测量,电压为 45kV ,电流为 40mA 。使用 $1/2$ 度的防散射狭缝和 $1/4$ 度的发散狭缝。在 20° 至 140° 的 2θ 范围内、即在 10° 至 70° 的入射角 θ 范围内测量来自所述涂覆的切削工具的衍射强度。

[0064] 使用PANalytical公司的X'Pert HighScore Plus软件做出数据分析,包括数据的减去背景、Cu- $K\alpha_2$ 去除和分布拟合。稍后做出拟合的一般描述。然后使用来自该程序的输出(分布拟合曲线的积分峰面积),通过使用如下所公开的哈里斯公式(3),将特定层(例如Ti

(C,N) 或 α -Al₂O₃层)的测量强度数据与根据PDF卡片的标准强度数据之比进行比较来计算所述层的织构系数。因为所述层的厚度有限,由于通过所述层的路径长度不同,所以在不同 2θ 角度处的一对峰的相对强度与对于块体样品的峰的相对强度不同。因此,在计算TC值时,还要考虑层的线性吸收系数,对分布拟合曲线的提取的积分峰面积强度应用薄膜校正。由于在例如 α -Al₂O₃层上方可能的其它层会影响进入所述 α -Al₂O₃层和离开整个涂层的X射线强度,因此同样需要考虑层中相应化合物的线性吸收系数来对这些做出校正。这同样适用于如果Ti(C,N)层位于例如 α -Al₂O₃层下方的情况下所述Ti(C,N)层的X射线衍射测量。或者,可以通过不会实质影响XRD测量结果的方法例如化学蚀刻来除去在氧化铝层上方的其它层,如TiN。

[0066] 为了研究所述 α -Al₂O₃层的织构,使用CuK α 辐射进行X射线衍射,并根据哈里斯公式(3)计算所述 α -Al₂O₃层的不同生长方向的柱状晶粒的织构系数TC(hkl):

$$[0066] \quad TC(hkl) = \frac{I(hkl)}{I_0(hkl)} \left[\frac{1}{n} \sum_{n=1}^n \frac{I(hkl)}{I_0(hkl)} \right]^{-1} \quad (3)$$

[0067] 其中I(hkl) = (hkl)反射的测量(积分面积)强度, I₀(hkl) = 根据ICDD的PDF卡片第00-010-0173号的标准强度, n = 待用于计算中的反射次数。在这种情况下所使用的(hkl)反射是:(1 0 4)、(1 1 0)、(1 1 3)、(0 2 4)、(1 1 6)、(2 1 4)、(3 0 0)和(0 0 12)。在计算所述比率之前,对测量的积分峰面积进行薄膜校正并对在所述 α -Al₂O₃层上方(即在顶部上)的任何其它层进行校正。

[0068] 根据之前公开的哈里斯公式(3)计算所述Ti(C,N)层的不同生长方向的柱状晶粒的织构系数TC(hkl),其中I(hkl)是(hkl)反射的测量(积分面积)强度, I₀(hkl)是根据ICDD的PDF卡片第42-1489号的标准强度, n是待用于计算中的反射次数。在这种情况下所使用的(hkl)反射是(1 1 1)、(2 0 0)、(2 2 0)、(3 1 1)、(3 3 1)、(4 2 0)和(4 2 2)。

[0069] 应当注意,峰重叠是在对包含例如几个结晶层和/或沉积在包含结晶相的基体上的涂层的X射线衍射分析中可能发生的现象,并且必须对此加以考虑和补偿。来自所述 α -Al₂O₃层的峰与来自所述Ti(C,N)层的峰的重叠可能会影响测量,并需要加以考虑。还应当注意的是,例如在所述基体中的WC可以具有接近本发明的相关峰的衍射峰。

附图说明

[0070] 将参照附图描述本发明的实施方式,其中:

[0071] 图1显示了本发明涂层的一个实例(样品D)的横截面的扫描电子显微镜(SEM)图像,其中显示了Ti(C,N)层(1)的B1部分、结合层(2)和 α -Al₂O₃层(3)的O1部分,

[0072] 图2显示了参照涂层的一个实例(样品A)的横截面的扫描电子显微镜(SEM)图像,其中可见最上Ti(C,N) (1)、结合层(2)和最下 α -Al₂O₃ (3),

[0073] 图3显示了比较涂层的一个实例(样品G)的横截面的扫描电子显微镜(SEM)图像,其中显示了Ti(C,N)层(1)的B1部分、结合层(2)和 α -Al₂O₃层(3)的O1部分,

[0074] 图4显示了参照涂层的一个实例(样品B)的横截面的扫描电子显微镜(SEM)图像,其中可见最上Ti(C,N) (1)、结合层(2)和最下 α -Al₂O₃ (3),

[0075] 图5显示了设置有与样品D中的Ti (C,N) 相对应的Ti (C,N) 层的样品的B1部分的顶表面扫描电子显微镜 (SEM) 图像,其中可见所述B1部分的最外表面的形态,

[0076] 图6显示了设置有与样品B中的Ti (C,N) 相对应的Ti (C,N) 层的样品的Ti (C,N) 层的顶表面扫描电子显微镜 (SEM) 图像,其中可见非常细晶粒化的Ti (C,N) 的最外表面的形态,

[0077] 图7显示了设置有与参照样A中的Ti (C,N) 相对应的Ti (C,N) 层的样品的Ti (C,N) 层的顶表面扫描电子显微镜 (SEM) 图像,其中可见粗晶粒化的Ti (C,N) 的最外表面的形态,

[0078] 图8是显示本发明的层和部分:Ti (C,N) 层 (1)、Ti (C,N) 层 (1) 的B1部分、结合层 (2)、 α -Al₂O₃层 (3)、 α -Al₂O₃层 (3) 的O1部分和基体 (4) 的位置的示意性概览,和

[0079] 图9是样品D的平面视图的带对比度TKD图像,其中可见所述B1部分中的Ti (C,N) 晶粒。

实施例

[0080] 现在将更详细地公开本发明的示例性实施方式并与参照实施方式比较。制造涂覆的切削工具 (刀片),在切削试验中分析和试验。

[0081] 硬质合金基体采用包括研磨、混合、喷雾干燥、压制和烧结的常规工艺来制造。所述硬质合金基体 (刀片) 的ISO型几何形状为CNMG-120408-PM。所述硬质合金的组成为7.2重量%的Co、2.9重量%的TaC、0.5重量%的NbC、1.9重量%的TiC、0.4重量%的TiN和其余的WC。

[0082] 在所述涂层沉积之前,将所述基体暴露于温和的喷射处理,以去除所述基体表面上来自烧结工艺的任何残留物。

[0083] CVD沉积

[0084] 将经烧结的基体在能够容纳10.000半英寸尺寸的切削刀片的Ionbond Type size 530径向CVD反应器中进行CVD涂层。待进一步试验和分析的样品是从室的中部并沿着板中心与外围之间的板半径的一半的位置处选择的。选择质量流量控制器,使得可以设定例如CH₃CN的高流量。

[0085] 在400毫巴和885°C的工艺下,在所有基体上沉积约0.2 μ m TiN的第一最内涂层。使用48.8体积%的H₂、48.8体积%的N₂和2.4体积%的TiCl₄的气体混合物。

[0086] 随后沉积Ti (C,N) 层,所有样品A-G都按如下方式用不同Ti (C,N) 来沉积。参照样A用如表1中所示的工艺步骤V和W来沉积。在工艺步骤X开始之前,在80毫巴的50体积%的H₂和50体积%的N₂中对样品B-G进行从885°C到870°C的温度调节。用如表1中所示的工艺步骤X沉积参照样B的Ti (C,N) 层。在样品C-G上,用工艺步骤X、Y和Z,使用如表1和2中所示的沉积时间来沉积Ti (C,N) 层。调节加工时间,使所有样品均达到大约相同的总Ti (C,N) 层厚度。

[0087] 表1

参数	工艺步骤 X	工艺步骤 Y	工艺步骤 Z	工艺步骤 V	工艺步骤 W
H ₂	余量	余量	余量	余量	余量
N ₂		42.97%	7.76%	37.57%	7.76%
TiCl ₄	2.95%	1.17%	2.38%	2.95%	2.38%
CH ₃ CN	0.45%	2.08%	0.65%	0.45%	0.65%
HCl		10.82%	7.76%		7.76%
[0088] 总气体流量 [l/h]	5600	3421	7734	5590	7734
压力[毫巴]	80	70	70	55	55
温度[°C]	870	870	870	885	885
加工时间 [分钟]	参见表 2		15	10	270

[0089] 表2

样品	工艺步骤 X [分钟]	工艺步骤 Y [分钟]
B	260	-
[0090] C	243	5
D	240	15
E	238	20
F	235	30
G	230	45

[0091] 在1000°C下,通过由四个独立的反应步骤组成的工艺,在所述Ti(C,N)层的顶部上沉积0.7-0.9 μm 厚的结合层。首先是8分钟的使用TiCl₄、CH₄、N₂、HCl和H₂在400毫巴下的HTCVD Ti(C,N)步骤,然后是7分钟的使用TiCl₄、CH₃CN、CO、N₂和H₂在70毫巴下的第二步(Ti(C,N,O)-1),然后是5分钟的使用TiCl₄、CH₃CN、CO、N₂和H₂在70毫巴下的第三步(Ti(C,N,O)-2),最后是6分钟的使用TiCl₄、N₂和H₂在70毫巴下的第四步(TiN)。在第三沉积步骤期间,如表3中所示,CO气体流量从起始值持续线性增加到终止值。所有其它气体流量保持恒定,但由于总气体流量增加,所有气体的浓度因此而略受影响。在随后的Al₂O₃成核开始之前,将结合层在CO₂、CO、N₂和H₂的混合物中氧化4分钟。

[0092] 结合层沉积的详细信息示于表3中。

[0093] 表3. 结合层沉积

结合层	压力 [毫巴]	H ₂ [体积%]	N ₂ [体积%]	CH ₄ [体积%]	HCl [体积%]	CO [体积%]	TiCl ₄ [体积%]	CH ₃ CN [体积%]	CO ₂ [体积%]
温度升高	55	余量	25						
[0094] HTCVD Ti(C,N)	400	余量	25.5	3.4	1.7	-	1.55	-	-
Ti(C,N,O)-1	70	余量	12.0	-	1.2	1.2	1.5	0.40	-
Ti(C,N,O)-2	70	余量	31.5 - 30.6	-	-	1.6 - 4.6	3.15 - 3.06	0.65- 0.63	-
TiN	70	余量	32.3	-	-	-	3.23	-	-
氧化	55	余量	30	-	-	12.5	-	-	3.7

[0095] 在结合层的顶部上沉积 α -Al₂O₃层。所有 α -Al₂O₃层均在1000°C和55毫巴下分两步沉积。第一步使用1.2体积%的AlCl₃、4.7体积%的CO₂、1.8体积%的HCl和余量H₂,给出约0.1 μm α -Al₂O₃,如下文公开的第二步给出约5 μm 的总 α -Al₂O₃层厚度。 α -Al₂O₃层的第二步使用

1.16%的 AlCl_3 、4.65%的 CO_2 、2.91%的 HCl 、0.58%的 H_2S 和余量 H_2 来沉积。

[0096] 涂层分析

[0097] 使用扫描电子显微镜在切削工具样品的前刀面上测量层厚度。样品A-G的涂层的层厚度示于表4中。

[0098] 表4.层厚度

样品	TiN+Ti(C,N) +结合层厚度 [μm]	步骤 Y/Z 的 加工时间 [分钟/分钟]	来自步骤 Y 的厚度部 分[μm]	来自步骤 Z 的厚度 部分[μm]	B1 部分 的厚度 [μm]	Al_2O_3 厚 度 [μm]
A	10.4	0/0	-	-	-	5.0
B	8.7	0/0	-	-	-	4.5
C	9.4	5/15	≈ 0.1	≈ 0.4	≈ 0.5	4.3
D	9.2	15/15	≈ 0.2	≈ 0.5	≈ 0.7	4.6
E	8.7	20/15	≈ 0.3	≈ 0.4	≈ 0.7	4.8
F	9.4	30/15	≈ 0.5	≈ 0.4	≈ 0.9	5.3
G	8.7	45/15	≈ 0.5	≈ 0.4	≈ 0.9	4.2

[0100] Ti(C,N)层的晶粒尺寸在整个Ti(C,N)层中和在靠近结合层的B1部分中的平均值来分析。结果示于表5中。

[0101] 分析Ti(C,N)层的B1部分中Ti(C,N)晶粒的取向和 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 层的O1部分中 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 晶粒的取向。结果示于表5中。

[0102] 参照样品A中的Ti(C,N)层的晶粒尺寸太大而无法用XRD分析,并且对于大于约0.2 μm 的晶粒尺寸不认为谢乐公式是有效的。该层的平均晶粒尺寸在横截面SEM图像中测量为大于200nm。

[0103] 表5.O1部分和B1部分的晶粒尺寸和取向

样品	Ti(C,N)层中的 平均晶粒 尺寸 D_{422} [nm]	Ti(C,N)的 B1 中的平均晶粒 尺寸 [nm]	Ti(C,N)中 B1 部 分中的取向, 与 <211>成 $\leq 15^\circ$ [%]	$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ O1 部分中的 取向, 与<001>成 $\leq 15^\circ$ [%]
A	n.a	没有 B1 部分	没有 B1 部分	60.1
B	31	没有 B1 部分	没有 B1 部分	94.8
C	28	115	91.7%	96.18
D	27	146	98.5%	98.3
E	27	157	96.6%	90.0
F	29	208	76.6%	70.4
G	27	168	85.3%	78.9

[0105] (n.a. = 未分析)

[0106] 使用X射线衍射分析Ti(C,N)和 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 层的织构系数,结果示于表6和表7中。

[0107] 表6.样品中 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 层的织构系数

样品	TC(104)	TC(110)	TC(113)	TC(024)	TC(116)	TC(214)	TC(300)	TC(0012)
A	0.02	0.25	0.01	0.07	0.01	0.03	0.00	7.61
B	0.00	0.01	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	7.99
C	0.02	0.03	0.00	0.01	0.01	0.00	0.00	7.94
D	0.01	0.07	0.00	0.02	0.00	0.00	0.00	7.89

E	0.01	0.08	0.00	0.02	0.01	0.00	0.00	7.89
F	0.09	0.09	0.00	0.03	0.06	0.01	0.01	7.70
G	0.03	0.17	0.00	0.05	0.03	0.01	0.00	7.72

[0109] 表7. 样品中Ti (C,N) 层的织构系数TC (422)

[0110]	样品	TC (422)
	A	3.94
	B	3.95
	C	3.43
	D	4.14
	E	4.06
	F	3.19
	G	3.74

[0111] 性能试验

[0112] 在两个平行的切削试验(切削试验1和切削试验2)中,在工件材料OVAKO 825B (100CrMo7-3) 高合金钢中在纵向车削操作中试验刚涂覆好的切削工具。切削速度 V_c 为220m/分钟,进给量 f_n 为0.3mm/转,切削深度为2mm,并使用水溶性切削液。机械加工持续至达到寿命结束标准为止。评价每个切削工具的一个切削刃。

[0113] 当一次或二次后刀面磨损 $>0.3\text{mm}$ 或者当月牙洼面积(露出的基体) $>0.2\text{mm}^2$ 时,认为达到工具寿命标准。一旦满足这些标准中的任意者,就认为达到了样品的寿命。切削试验的结果示于表8和9中。

[0114] 表8. 切削试验1

样品	30 分钟后的后刀面磨损		40 分钟后的月牙洼磨损
	一次后刀面磨损 [mm]	二次后刀面磨损 [mm]	月牙洼面积 [mm ²]
[0115] A	0.26	0.25	0.13
C	0.25	0.24	0
D	0.27	0.22	0
E	0.24	0.21	0
F	0.29	0.27	0.04
G	0.28	0.24	0.07

[0116] 表9. 切削试验2

[0117]	样品	切削至寿命为止的时间[分钟]	因以下原因达到寿命
	A	54	月牙洼磨损 >0.2
	D	86	月牙洼磨损 >0.2
	E	82	月牙洼磨损 >0.2

[0118] 如表8中可以看出,所有本发明样品D和E都显示高耐磨性,而样品A、F和G由于01部分中的取向较低而显示形成月牙洼。如表9中所示,也是与性能非常高的参照样品(参照样品A)比较,本发明样品D和E在钢的金属切削中显示高耐后刀面磨损和高耐月牙洼磨损。

[0119] 还通过暴露于磨料湿喷射来评价切削工具。喷射在切削工具的前刀面上进行。喷射浆由含20体积%的氧化铝的水组成,切削刀片的前刀面与喷射浆的方向之间成 90° 的角

度。喷枪嘴与刀片表面之间的距离为约145mm。浆料对喷枪的压力对于所有样品均为1.8巴，而空气对喷枪的压力为2.2巴。氧化铝砂粒为F230目 (FEPA 42-2:2006)。每单位面积的平均喷射时间为4.4秒。样品B和C未能经受住湿喷射，样品B的涂层显示严重剥落，样品C显示点状剥落。所有其它样品都经受住了湿喷射而没有破坏涂层。

[0120] 虽然已经结合各种示例性实施方式描述了本发明，但是应当理解，本发明不限于所公开的示例性实施方式，相反，其意在涵盖在所附权利要求书内的各种修改和等效布置。此外，应当认识到，本发明的任何公开的形式或实施方式均可以作为设计选择的一般事项并入任何其它公开或描述或建议的形式或实施方式中。因此，意欲仅受在此所附的所附权利要求书所指示的范围的限制。

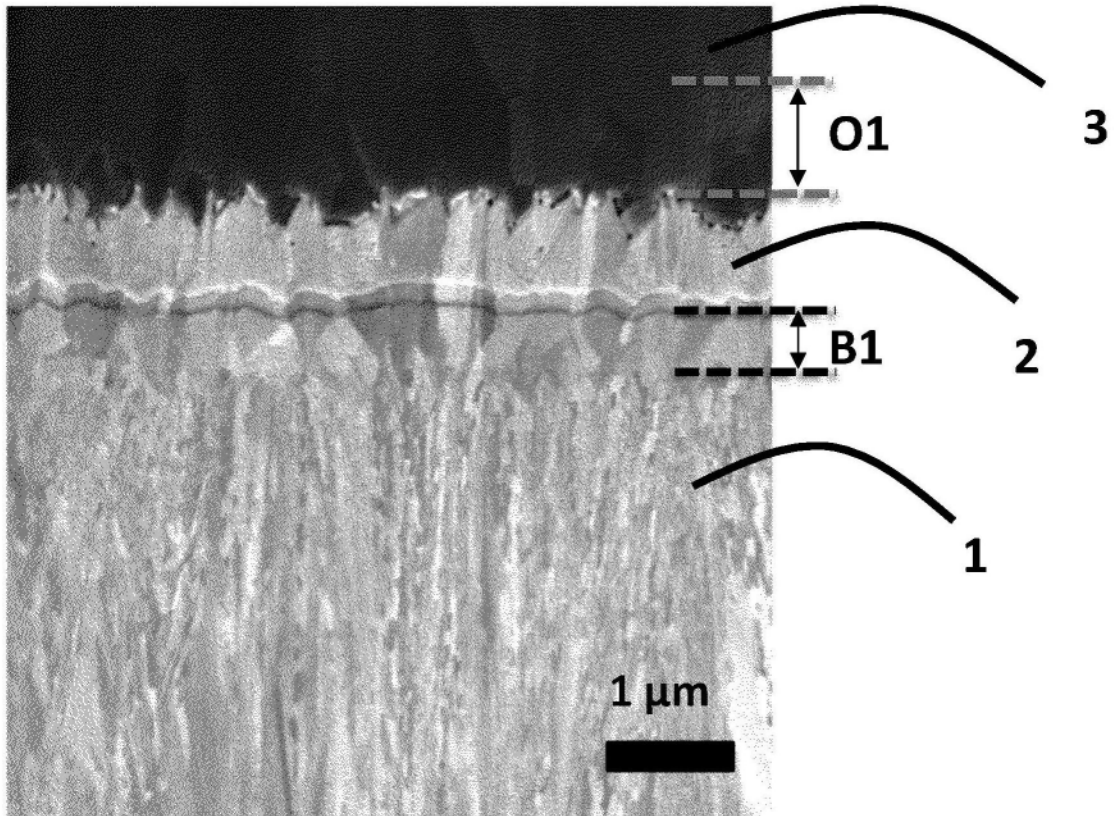


图1

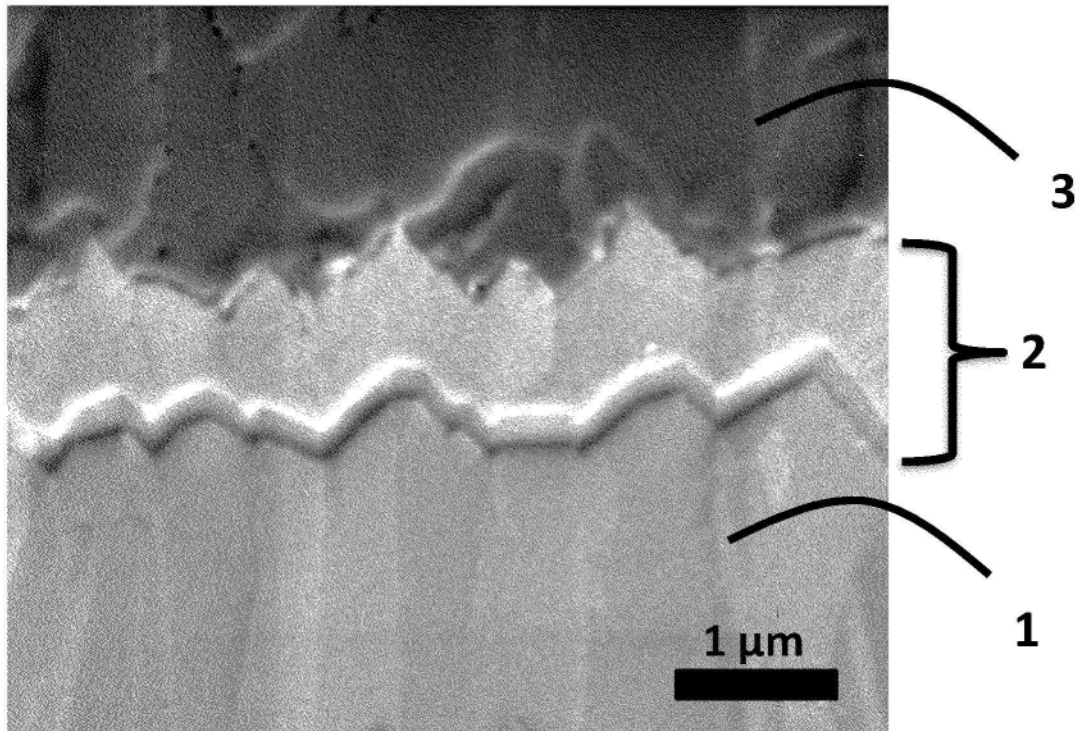


图2

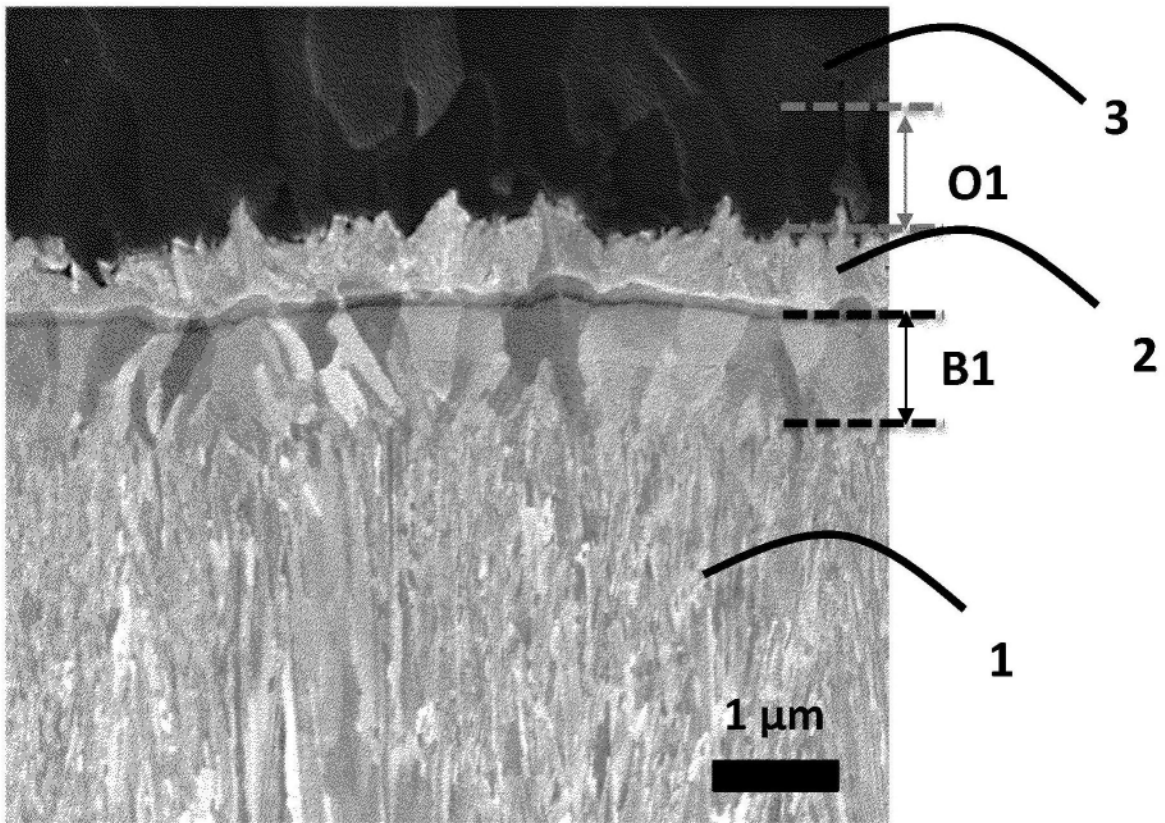


图3

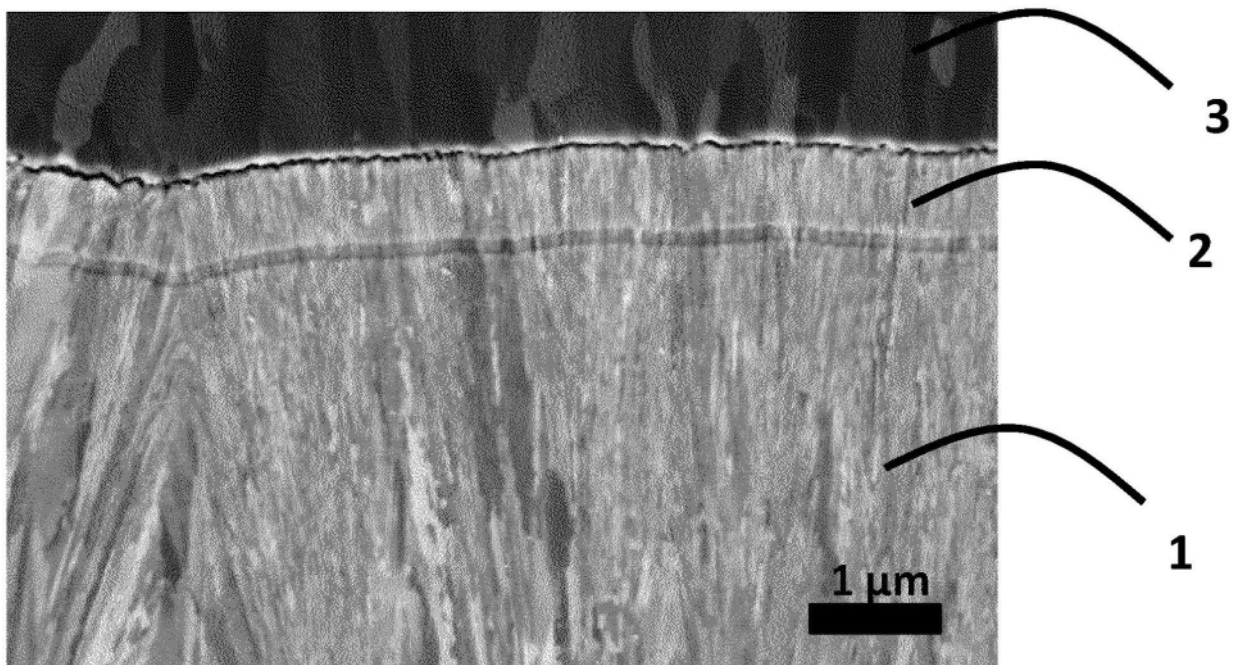


图4

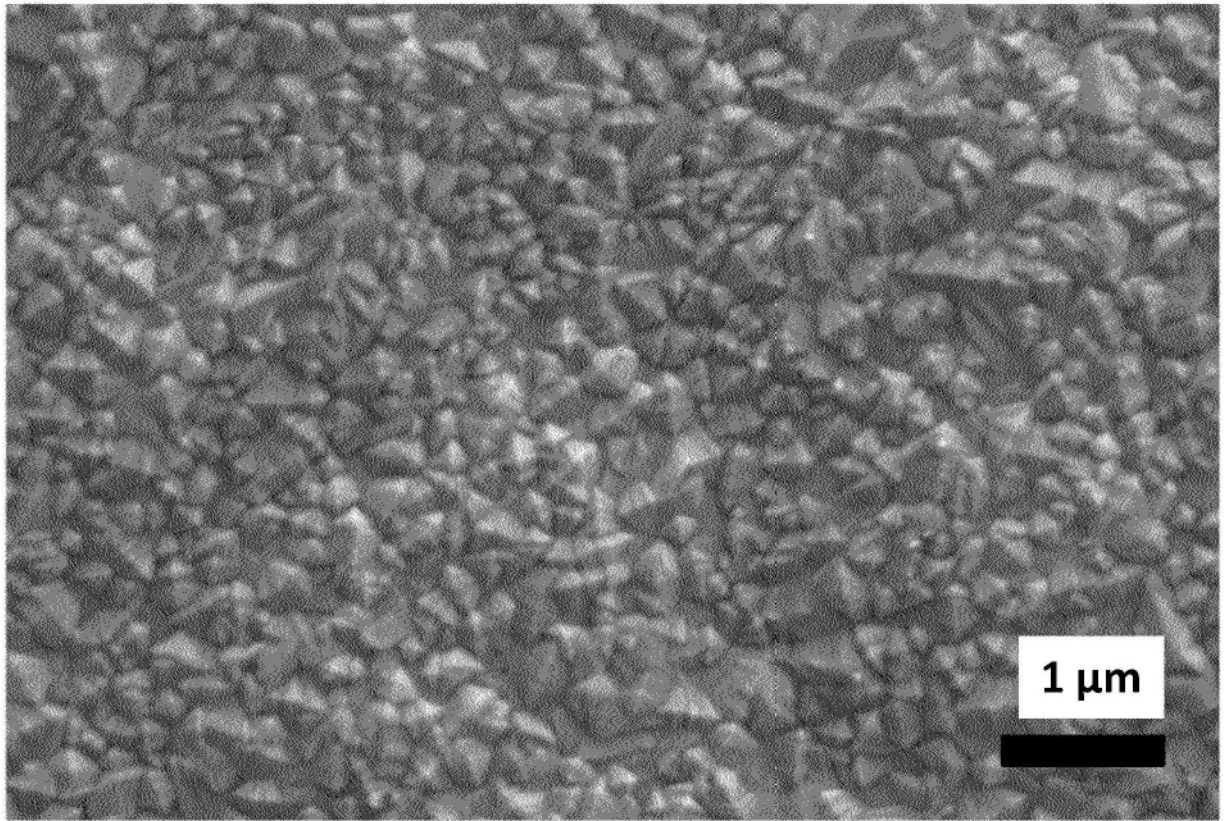


图5

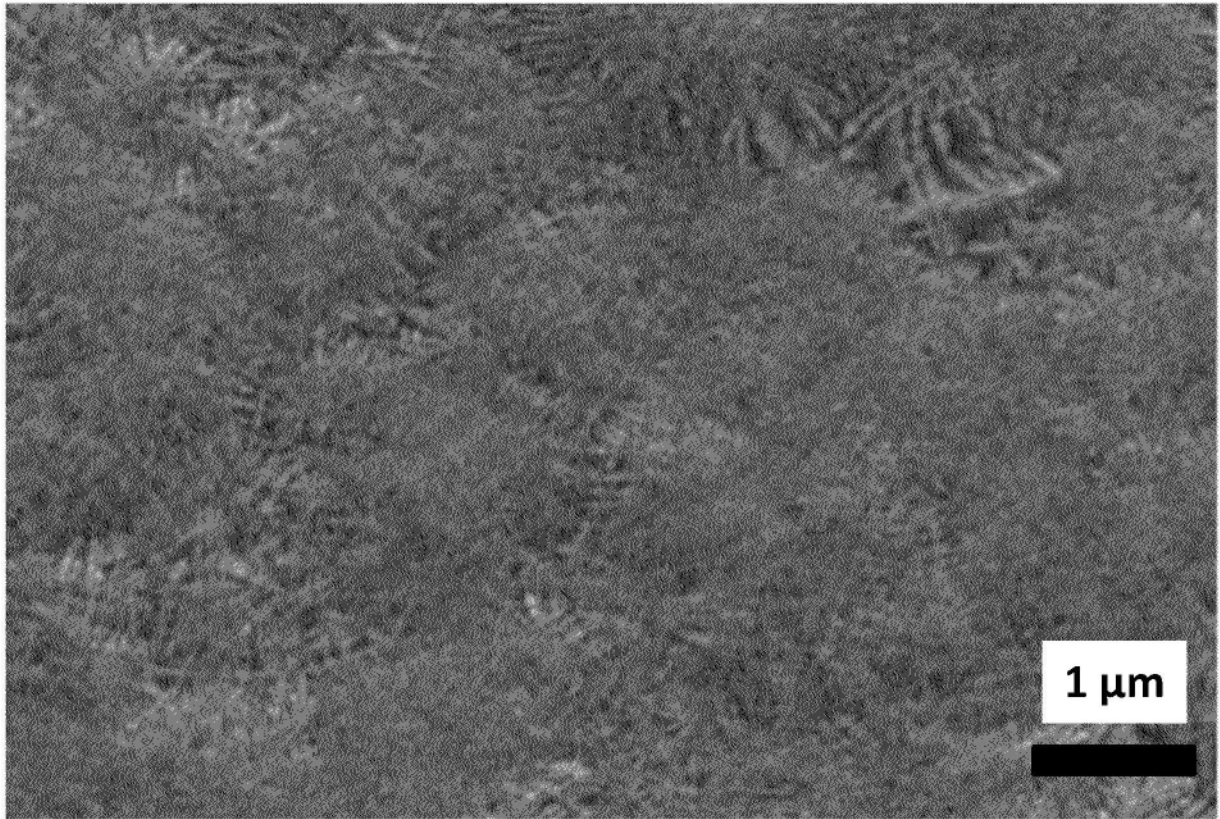


图6

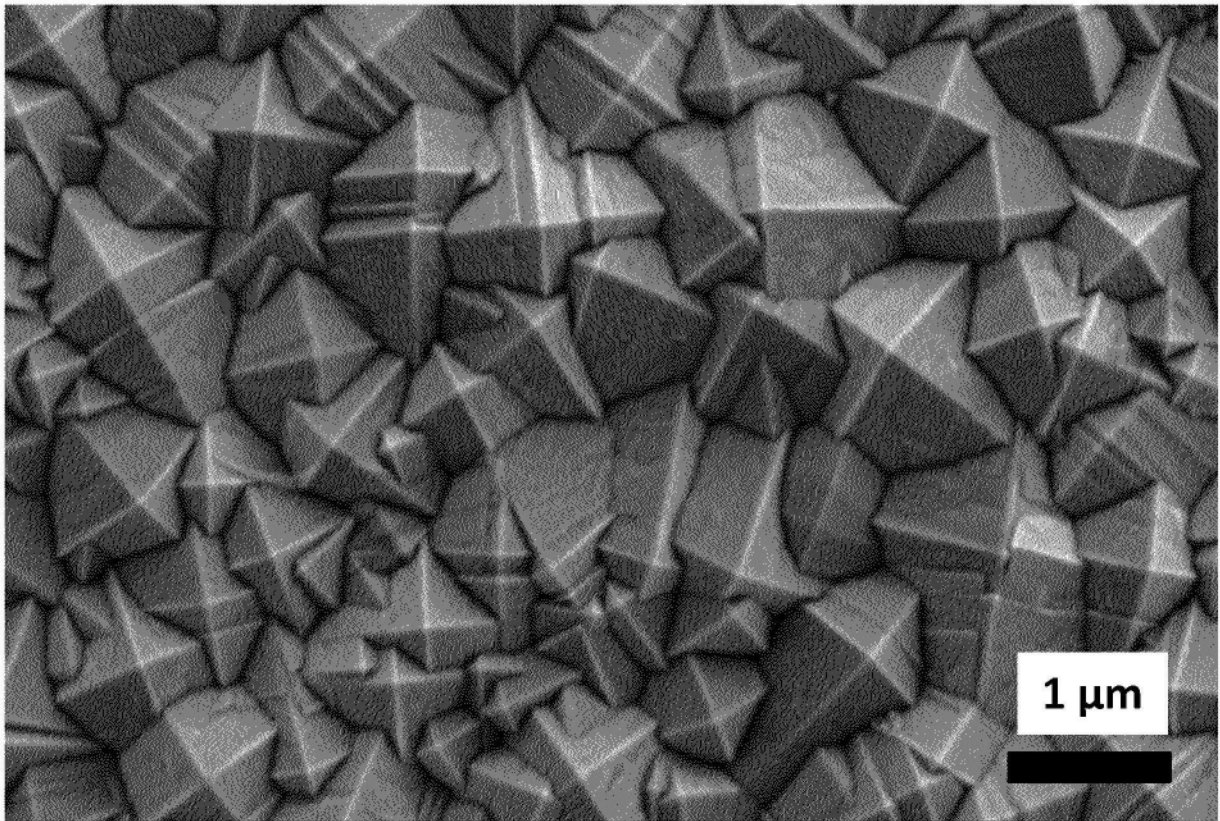


图7

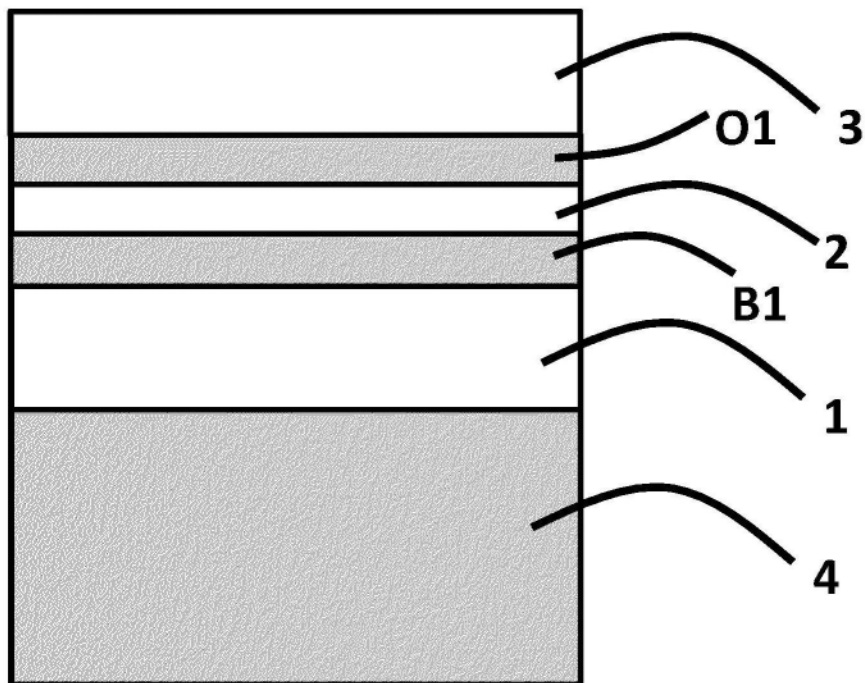


图8

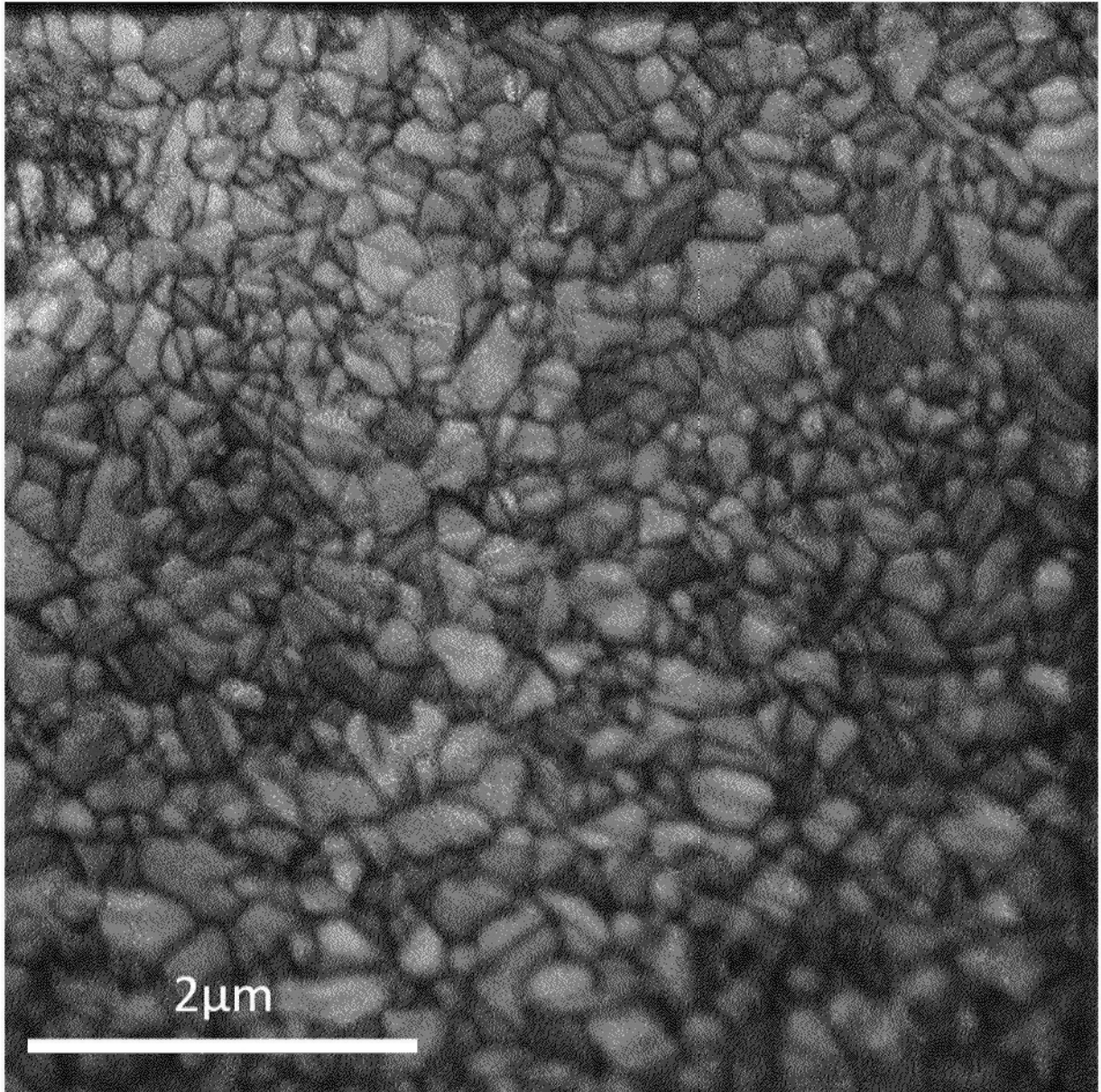


图9