



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 104302804 B

(45)授权公告日 2016.10.26

(21)申请号 201380001583.3

(22)申请日 2013.09.30

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 104302804 A

(43)申请公布日 2015.01.21

(30)优先权数据
61/745,871 2012.12.26 US

(85)PCT国际申请进入国家阶段日
2014.01.28

(86)PCT国际申请的申请数据
PCT/CN2013/084753 2013.09.30

(87)PCT国际申请的公布数据
W02014/101517 ZH 2014.07.03

(73)专利权人 伍尚华

地址 510006 广东省广州市番禺区大学城
广东工业大学外环西路100号

(72)发明人 伍尚华 龙莹 王启民 王成勇

(74)专利代理机构 广州粤高专利商标代理有限
公司 44102

代理人 倪小敏

(51)Int.Cl.

G23C 14/08(2006.01)

G23C 14/35(2006.01)

G23C 14/06(2006.01)

G23C 14/36(2006.01)

审查员 漆海清

权利要求书2页 说明书8页 附图2页

(54)发明名称

一种采用物理气相沉积工艺在氮化硅切削
刀具表面制备Al₂O₃涂层及其复合涂层的方法

(57)摘要

采用物理气相沉积(Physical Vapor Deposition, PVD)工艺在氮化硅陶瓷切削刀具表面制备氧化铝单层或多层涂层的方法。采用PVD技术制备氧化铝涂层的方法有两种:一种是采用双极脉冲电源、双向磁控溅射(Dual Magnetron Sputtering, DMS)技术在O₂或者Ar和O₂的混合气氛中通过反应溅射Al靶沉积氧化铝层;另一种是在Ar或Ar和O₂的混合气氛中通过双向磁控溅射技术溅射进行了导电掺杂的氧化铝陶瓷靶,制备氧化铝涂层。通过上述两种方法制备单层氧化铝涂层、氮化物氧化铝复合涂层、氮化物和氧化铝交替沉积的多层或纳米复合涂层。氧化铝可以是α-A l₂O₃、β-A l₂O₃、γ-A l₂O₃或非晶A l₂O₃。多层复合氧化铝涂层中的硬质氮化物涂层包括二元氮化物涂层、三元氮化物涂层和多元氮化物涂层,或它们的多层复合或纳米涂层。

CN 104302804 B



1. 一种氧化铝(Al_2O_3)涂层氮化硅基陶瓷刀具/刀片,其特征在于包含:
氮化硅基陶瓷刀具/刀片基体;
与基体结合良好的涂层;
其中涂层中至少含有一层 Al_2O_3 或含 Al_2O_3 的涂层;
所述氮化硅基陶瓷刀具/刀片基体为含第一相 Si_3N_4 、增韧剂和烧结助剂的氮化硅基复合陶瓷;
该增韧剂为 TiN 、 TiC 、 MoSi_2 、 SiC 、 TiCN 、 TiB_2 中的一种或几种;
所述增韧剂使得绝缘的 Si_3N_4 具有导电性:该增韧剂含量为0.1 wt %-5wt%。
2. 根据权利要求1所述的氧化铝(Al_2O_3)涂层氮化硅基陶瓷刀具/刀片,其特征在于:该烧结助剂为稀土氧化物、 SiO_2 、 Al_2O_3 、 MgO 、 Y_2O_3 和 ZrO_2 中的一种或几种。
3. 根据权利要求1所述的氧化铝(Al_2O_3)涂层氮化硅基陶瓷刀具/刀片,其特征在于:该烧结助剂的含量为0.1 wt %-25wt%。
4. 根据权利要求3所述的氧化铝(Al_2O_3)涂层氮化硅基陶瓷刀具/刀片,其特征在于:该烧结助剂的含量为1 wt %-5wt%。
5. 根据权利要求1所述的氧化铝(Al_2O_3)涂层氮化硅基陶瓷刀具/刀片氮化硅基陶瓷刀具/刀片,其特征在于:氮化硅基复合陶瓷的密度大于理论密度的98%,采用包括但不限于无气氛下的无压烧结、热压烧结、气氛烧结或热静压烧结等传统方法制备。
6. 根据权利要求1所述的氧化铝(Al_2O_3)涂层氮化硅基陶瓷刀具/刀片,其特征在于:该涂层从基体/涂层界面到涂层外表面依次为硬质氮化物涂层、 Al_2O_3 涂层和表层 TiN 涂层。
7. 根据权利要求6所述的氧化铝(Al_2O_3)涂层氮化硅基陶瓷刀具/刀片,其特征在于:硬质氮化物涂层的厚度为1-20 μm 。
8. 根据权利要求7所述的氧化铝(Al_2O_3)涂层氮化硅基陶瓷刀具/刀片,其特征在于:硬质氮化物涂层的厚度为1-10 μm 。
9. 根据权利要求1所述的氧化铝(Al_2O_3)涂层氮化硅基陶瓷刀具/刀片,其特征在于:该涂层中至少含有一层化学计量比的非晶、纳米晶或者非晶和纳米晶混合的 Al_2O_3 涂层。
10. 根据权利要求1所述的氧化铝(Al_2O_3)涂层氮化硅基陶瓷刀具/刀片,其特征在于,在基体放入真空室进行涂层制备前,先对其进行光整、抛光、干或湿喷砂和清洗处理。
11. 根据权利要求1所述的氧化铝(Al_2O_3)涂层氮化硅基陶瓷刀具/刀片,其特征在于:在涂层沉积之前,使用高频双向脉冲偏压设备进行等离子清洗和刻蚀对刀片表面进行处理,处理时间为2-60min;表面处理过程在 Ar 或 $\text{Ar}+\text{O}_2$ 混合气氛中进行,气体压力为0.1-10Pa。
12. 根据权利要求11所述的氧化铝(Al_2O_3)涂层氮化硅基陶瓷刀具/刀片,其特征在于:所述处理时间为5-30min。
13. 根据权利要求1所述的氧化铝(Al_2O_3)涂层氮化硅基陶瓷刀具/刀片,其特征在于:涂层沉积过程中真空室的本底真空为 10^{-4} - 10^{-2} Pa。
14. 根据权利要求1所述的涂层氮化硅陶瓷刀具/刀片,其特征在于:该涂层中的 Al_2O_3 涂层是采用双向脉冲DMS反应溅射技术或溅射 Al_2O_3 陶瓷靶材技术制备,其中 Al_2O_3 陶瓷靶材含有导电添加剂。
15. 根据权利要求1或14所述的涂层氮化硅基陶瓷刀具/刀片,其特征在于:该 Al_2O_3 涂层是采用双向脉冲DMS技术在 Ar 或是 $\text{Ar}+\text{O}_2$ 混合气氛下反应溅射 Al 靶沉积而成,沉积过程中基

体温度为300-700℃,气体压强为0.1-2Pa。

16. 根据权利要求1或14所述的氧化铝(Al_2O_3)涂层氮化硅基陶瓷刀具/刀片,其特征在于:该 Al_2O_3 涂层是采用DMS技术在Ar或是Ar+ O_2 混合气氛下溅射含有导电添加剂的 Al_2O_3 陶瓷靶沉积而成,沉积过程中基体温度为300-700℃,气体压强为0.1-2Pa。

17. 根据权利要求16所述的氧化铝(Al_2O_3)涂层氮化硅基陶瓷刀具/刀片,其特征在于:该 Al_2O_3 陶瓷靶由 Al_2O_3 和含量为0.3-20wt%的导电金属如Al、Ti、Cr、Nb和Pt或导电陶瓷如SiC组成。

18. 根据权利要求6所述的氧化铝(Al_2O_3)涂层氮化硅基陶瓷刀具/刀片,其特征在于:该涂层中包含的硬质氮化物涂层是指二元氮化物、三元氮化物或多元氮化物或它们的多层或纳米层涂层。

19. 根据权利要求6所述的氧化铝(Al_2O_3)涂层氮化硅基陶瓷刀具/刀片,其特征在于:该涂层中硬质氮化物涂层、 Al_2O_3 涂层和表层的TiN层的厚度分别为1-10 μm 、1-10 μm 和1-2 μm 。

20. 根据权利要求1所述的氧化铝(Al_2O_3)涂层氮化硅基陶瓷刀具/刀片,其特征在于:该涂层中包含多层交替沉积的硬质氮化物涂层和 Al_2O_3 涂层及其表面TiN涂层。

21. 根据权利要求20所述的氧化铝(Al_2O_3)涂层氮化硅基陶瓷刀具/刀片,其特征在于:该涂层中硬质氮化物涂层和 Al_2O_3 涂层的总厚度可以从5-20纳米到几个微米;表层的TiN层的厚度为1-2 μm 。

22. 根据权利要求20所述的氧化铝(Al_2O_3)涂层氮化硅基陶瓷刀具/刀片,其特征在于:该涂层中的硬质氮化物涂层是通过在 N_2 或是Ar+ N_2 混合气氛中反应溅射一个或多个金属或合金靶材沉积而成,沉积过程中基体温度为300-700℃,沉积压力为0.1-2Pa。

23. 根据权利要求21所述的氧化铝(Al_2O_3)涂层氮化硅基陶瓷刀具/刀片,其特征在于:该涂层含有4-1000层厚度从5-20纳米到几个微米的交替沉积的硬质氮化物层和 Al_2O_3 层。

一种采用物理气相沉积工艺在氮化硅切削刀具表面制备 Al_2O_3 涂层及其复合涂层的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及材料高速加工中的表面涂层制备技术,特别涉及一种在氮化硅陶瓷切削刀具表面制备 Al_2O_3 单层或多层涂层的新技术。

背景技术

[0002] 陶瓷刀具由于具有耐高温、耐磨、极高的红硬性和化学稳定性等特性,可用于加工超硬和耐磨材料。这些优异的机械化学性能使陶瓷刀具可以在比硬质合金刀具更高切削速度下使用,甚至可以用于干切削条件的切削加工。目前使用最广泛的陶瓷刀具材料有两类:氧化铝和氮化硅。氧化铝基陶瓷具有良好的化学稳定性和高温耐磨性,是一类优异的刀具材料。但氧化铝陶瓷脆性高、强度低和抗冲击性能差,使其应用受到限制。氮化硅基陶瓷刀具具有良好的耐磨性能、高的硬度、优异的高温性能和优于氧化铝基陶瓷刀具的断裂韧性,被广泛应用于切削加工,特别是对铸铁的高速切削。

[0003] 然而,在高速、干切削铸铁过程中,当切削速度达到1500sfm(surface feet per minute, 约每分钟457米),由于刀具表面和被加工工件之间剧烈的摩擦产生大量的切削热,刀具-工件接触区表面的温度可能达到1000°C以上, Si_3N_4 与Fe发生化学反应,导致刀具的化学稳定性下降。此外,由于 Si_3N_4 与Fe之间的化学扩散引起刀具和含铁被加工材料之间的化学磨损,有可能出现严重的月牙洼磨损。在高速切削加工过程中,局部化学磨损有可能使刀具发生崩刃失效。因此,在高速干切削加工中,切削刀具材料的化学稳定性至关重要。

[0004] 在 Si_3N_4 基陶瓷刀具表面制备保护涂层是提高其化学稳定性的更有效手段。到目前为止,已在高速钢和硬质合金等多种刀具表面成功制备多种涂层,从二元涂层到复杂的多层、多元涂层。其中,应用最广泛的为过渡金属氮化物涂层,如TiN和TiAlN等。TiN涂层硬度高,耐磨性好,能对刀具起到很好的保护作用。但是,TiN涂层在600°C以上温度发生氧化,使其应用受到限制。TiAlN涂层在高温下能形成致密的 Al_2O_3 膜并与刀具基体具有良好的结合力,其抗氧化温度可达到800°C,但是仍不能满足超过1000°C的高速切削条件。 Al_2O_3 具有高耐磨性和红硬性,在1000°C仍能保持良好的化学稳定性。在切削刀具表面涂覆 Al_2O_3 涂层,能够在高速干切削条件下起到对刀具的保护作用,从而有效提高切削加工效率和刀具使用寿命。

[0005] 在刀具上制备涂层最常用的技术是化学气相沉积(CVD)和物理气相沉积(PVD)。到目前为止,由于 Al_2O_3 涂层的绝缘性和较高的沉积温度,最主要的制备方式是CVD技术。此外,由于氮化硅陶瓷刀具也是绝缘体,在其表面制备 Al_2O_3 涂层的主要技术仍然是CVD。然而,采用CVD技术制备涂层沉积温度高(1000°C以上),当涂层从沉积温度冷却到室温,由于基体和涂层材料的热膨胀系数不匹配产生热应力而在涂层中产生热裂纹。在切削加工过程中,这些热裂纹可能导致刀具涂层破损或崩刃。

[0006] 过去30年,PVD涂层切削刀具在切削加工领域的应用,是现代涂层技术的一个成功典范。最早应用于切削刀具的商业涂层是20世纪80年代早期开发的TiN涂层。到20世纪90

年代,大多数刀具都涂覆有PVD涂层,尤其是需要尖锐刀刃的刀具领域例如车螺纹、切槽、精铣等和需要高强度的刀刃的场合,如钻孔等。

[0007] 目前已发展了多种PVD技术,其中应用于切削刀具的PVD涂层技术主要有:阴极电弧沉积(又称电弧离子镀)、溅射沉积(磁控溅射)、脉冲激光沉积和电子束物理气相沉积。射频溅射是另一种制备涂层的PVD技术。采用射频溅射制备的涂层与基体具有良好的结合力。但是,由于沉积过程中击穿电压、放电电压和工作气压低导致沉积速率低,且很难实现大尺寸基体上的涂层沉积,加上设备费用高,制备成本高,限制了这种涂层技术的应用。

[0008] 另一种方法,直流溅射,其工艺过程简单,可用于制备氧化物、氮化物和碳化物涂层。采用直流溅射技术可以在Ar+O₂的混合反应气氛中沉积不导电的Al₂O₃涂层。但该技术不能长时间稳定沉积涂层。这是由于绝缘的Al₂O₃涂层不仅在基体上沉积,也不可避免的在反应室内壁和靶材表面沉积,导致轰击靶面的正离子在化合物膜上积累,引起打弧和靶中毒。

[0009] 采用双极双向脉冲电源制备绝缘涂层,可获得比射频技术更高的沉积速率,且不会出现靶中毒和打弧现象。双极脉冲电源(即正、负极电压交替变换的电源)可实现靶材表面的持续放电。双极脉冲电源中的正极脉冲将电子从等离子体中拉回靶材表面,中和靶材表面聚集的Ar⁺。如果脉冲持续时间和正极脉冲的强度产生足够中和在靶材表面聚集的Ar⁺的电流,消除电极变成负极后正极电压对Ar⁺的抵制作用,从而获得持续的放电等离子流,使沉积过程得以持续。并且,正极脉冲可以使靶材中毒斑优先被溅射。这些都有助于消除靶材进一步中毒和产生电弧。因此,在溅射阴极引入双极脉冲直流电源,可以实现氧化物的反应磁控溅射沉积或氧化物如Al₂O₃, ZrO₂, TiO₂ 和ZnO等的直接溅射沉积。

[0010] 随着双极脉冲双靶磁控溅射(DMS)技术的发明和发展,使采用 PVD技术沉积结晶绝缘涂层如Al₂O₃成为可能。在双极双靶磁控系统中,两个靶材交替作为阴极和阳极,因此,可以在长时间内保持金属的阳极性。双向脉冲双磁控溅射技术可以在脉冲过程中对等离子体输入很高的电压,从而可以形高密度高能量粒子的等离子体。在足够高的频率下,可以消除绝缘涂层的电荷,从而有效减少或避免异常放电。

[0011] 双极脉冲 DMS技术可以在刀具上沉积高质量、高结合力α-Al₂O₃硬质涂层。另外,与其他涂层技术相比,该技术还具有工艺过程稳定和沉积速率高等特点。例如,根据专利US6673430B2和US6423403B2,使用DMS技术可以获得一种具有γ-Al₂O₃晶型、晶粒尺寸小于0.1μm,没有裂纹和杂质的绝缘涂层,沉积过程中基体的温度为450-700°C,最好在550-650°C范围内。

[0012] 另一种在刀具表面沉积Al₂O₃涂层的PVD技术,就是本发明提出的采用双磁控溅射技术,在Ar或是Ar+O₂的混合气氛中溅射进行了导电金属掺杂的Al₂O₃陶瓷靶材。本发明中,在Al₂O₃陶瓷靶材中掺杂金属Al、Ti、Cr、Nb、Pt或导电陶瓷SiC等。将带有导电掺杂的Al₂O₃陶瓷靶作为阴极,两端加非对称的双极脉冲电压。上述的两种涂层技术目前都还没有应用于在氮化硅陶瓷刀具基体上沉积Al₂O₃涂层。

发明内容

[0013] 本发明的主要目的是提供一种涂层制备技术,特别是关于一种在氮化硅基陶瓷刀具表面制备涂层的方法。

[0014] 本发明提供的涂层刀具由氮化硅陶瓷基体及其表面涂层组成,该涂层至少含有一

层非晶或纳米晶 α -、 γ - 或 κ - Al_2O_3 层。

[0015] 根据所述的氮化硅基陶瓷,由于其电绝缘性,不能采用传统的PVD技术在其表面涂覆陶瓷保护涂层。本发明拟解决的第一个技术难点是在绝缘氮化硅陶瓷基体表面制备PVD涂层。

[0016] 本发明拟解决的第二个技术难点是采用PVD技术在氮化硅陶瓷基体上制备绝缘氧化铝涂层。

[0017] 本发明拟解决的第三个技术难点是提高氧化铝涂层或含氧化铝涂层氮化硅陶瓷切削刀具在高速、干切削铸铁等难加工材料时的加工性能。

[0018] 本发明所述的刀具基体材料是 Si_3N_4 基陶瓷,该陶瓷具有良好的耐磨性,高硬度,以及较好的高温性能和断裂韧性。

[0019] 所述的 Si_3N_4 基陶瓷中含有0.1 wt %-5wt%的氧化物添加剂如 SiO_2 、 Al_2O_3 、 MgO 、 Y_2O_3 、 ZrO_2 和 ReO (稀土氧化物,例如 La_2O_3)中的一种或几种。

[0020] 所述的 Si_3N_4 基陶瓷中含有0.1 wt %-5wt%的导电添加剂如 TiC 、 TiN 、 TiCN 、 SiC 、 MoSi_2 、 TiB_2 和 MoSi_2+SiC 等中的一种或几种,使其具有一定的导电性能,从而能采用传统的PVD技术在其表面制备涂层。

[0021] 所述的涂层有三种:单层 Al_2O_3 涂层、硬质氮化物涂层和 Al_2O_3 涂层组成的多层复合涂层、硬质氮化物涂层和 Al_2O_3 涂层交替沉积的多层或纳米复合涂层。

[0022] 所述的硬质氮化物涂层可以是简单二元氮化物(TiN , CrN 等)、三元氮化物(TiCN , TiAlN 等)、多元氮化物(TiAlSiN , TiAlCrYN 等)或它们的多层或纳米层。

[0023] 所述的PVD技术包括双向脉冲DMS反应溅射 Al 靶或双磁控溅射导电 Al_2O_3 陶瓷靶技术。

[0024] 根据所述的双极脉冲DMS技术反应溅射技术,该技术是在 O_2 或者 O_2 和 Ar 的混合气氛中,采用双极脉冲DMS技术反应溅射 Al 阳极制备 Al_2O_3 涂层,基片温度为 $300\text{--}700^\circ\text{C}$,沉积压力为 $0.1\text{--}2\text{Pa}$ 。

[0025] 根据所述的双磁控溅射带有导电掺杂的氧化铝靶材制备 Al_2O_3 涂层技术,是在 O_2 或者 O_2 和 Ar 的混合气氛中直接溅射带有导电掺杂的 Al_2O_3 陶瓷靶制备 Al_2O_3 涂层,基片温度为 $300\text{--}700^\circ\text{C}$,沉积压力为 $0.1\text{--}2\text{Pa}$ 。

[0026] 根据所述的带有导电掺杂的 Al_2O_3 陶瓷靶,导电金属如 Al 、 Ti 、 Cr 、 Nb 和 Pt 或导电陶瓷如 SiC 含量为 $0.3\text{--}20\text{wt}\%$ 。

[0027] 根据所述的涂层刀具, Al_2O_3 的主要作用是在高速切削过程中将 Si_3N_4 基陶瓷刀具与氧及工件中的活性元素隔离开来。

[0028] 根据所述的涂层刀具,硬质氮化物层的主要作用是作为粘结缓冲层提供良好的膜基结合力,且为涂层刀具体系提供优异的抗热性和耐磨性。

[0029] 根据所述的涂层刀具, Si_3N_4 基陶瓷刀具/刀片基体保证刀具在高温下的机械性能。

[0030] 本发明提供的涂层刀具可以有效应用于高速干切削铸铁合金、硬质钢和高温镍基合金,特别适合于车削和铣削的粗精加工。

附图说明

[0031] 图1:本发明所制备的:(a)圆柱形RNG45T0220;(b)四方形 SNG45T0220和(c)三角

形 TNG45T0220陶瓷刀具结构示意图。

[0032] 图2:单层 Al_2O_3 涂层氮化硅刀片示意图。

[0033] 图3:包括底层氮化硅涂层、中层 Al_2O_3 涂层和外层TiN涂层的涂层氮化硅刀片示意图。

[0034] 图4:含有至少四层的多层或纳米复合涂层氮化硅刀片示意图,涂层由交替沉积的薄层氮化物涂层和 Al_2O_3 涂层组成,最外层为TiN涂层。

[0035] 发明详细说明

[0036] 本发明的基体材料为氮化硅基陶瓷,主要成分是 Si_3N_4 ,含有增韧剂和烧结助剂。增韧剂可以是TiN、TiC、 MoSi_2 、SiC、TiCN、 TiB_2 中的一种或几种,烧结助剂可以是 SiO_2 、 Al_2O_3 、MgO、 Y_2O_3 、 ZrO_2 和 La_2O_3 中的一种或几种。烧结助剂的含量一般为1-25wt%,最佳含量1-5wt%。通过添加增韧剂和烧结助剂,可以在很大程度上改善基体材料的强度、断裂韧性和抗磨损性能。另外,通过添加导电相可以使复合陶瓷导电,从而可以采用传统的PVD技术在其表面制备硬质涂层。

[0037] 包覆的硬质涂层

[0038] 本发明制备的涂层包括单层或多层结构,且每种涂层至少包含一层 Al_2O_3 涂层。 Al_2O_3 涂层的主要组成元素是Al和O,根据沉积温度不同,其可能是非晶、 α -、 γ -或 κ - Al_2O_3 相纳米晶或非晶和纳米晶的混合物。其他涂层为耐高温的硬质氮化物涂层(如果存在),可以是二元氮化物(TiN、CrN等)、三元氮化物(TiCN、TiAlN等)或多元氮化物(TiSiN、TiAlSiN和TiAlCrYN等)涂层,也可以是它们的多层或纳米复合涂层。本发明制备的涂层总厚度一般为1-20 μm ,最佳厚度为2-10 μm 。这主要是因为,当涂层厚度低于1 μm 时,其耐磨性较差,在切削加工过程中很快被磨损,不能起到有效改善刀具切削性能和寿命的作用;而当涂层厚度超过20 μm 时,涂层与基体的结合力差,过高的压应力导致涂层开裂和剥落,缩短刀具使用寿命。涂层的厚度是通过调节沉积时间来控制的。

[0039] 本发明采用的刀具涂层制备技术为PVD技术。涂层沉积之前,采用高频双向脉冲偏压或离子源等离子刻蚀机对基体表面进行离子清洗和刻蚀2-60min,最佳刻蚀时间为5-30min。经表面处理后的基体光滑平整,再经过干/湿喷砂和清洗,放入PVD涂层设备的真空室内。

[0040] 本发明采用双向脉冲DMS技术反应溅射Al靶或双磁控溅射导电 Al_2O_3 陶瓷靶制备 Al_2O_3 涂层。双向脉冲DMS技术中,将对称双向脉冲电源施加于阴极靶两端,阴极靶的材料为纯Al靶,通过Al靶与气氛中的 O_2 反应生成 Al_2O_3 涂层,基体温度为300-700 $^\circ\text{C}$,气体压强为0.1-2Pa;双磁控溅射导电 Al_2O_3 陶瓷靶材技术中,在阴极靶两端施加对称双向脉冲可转换电极的电源。阴极靶是进行了导电掺杂的 Al_2O_3 陶瓷靶。导电添加剂有金属如Al、Ti、Cr、Nb、Pt等和导电陶瓷如SiC、TiC、TiN、TiCN、 TiB_2 等,在陶瓷靶中的含量为0.1-20wt%。沉积过程中,Ar或Ar+ O_2 混合气体的压力为0.1-2Pa,基体温度为300-700 $^\circ\text{C}$ 。施加于阴极靶的带有正负偏压的双向脉冲电源,其正负偏压范围分别为20-50V和20-300V。根据沉积温度不同,沉积得到非晶或纳米晶型 Al_2O_3 涂层。一般在300-500 $^\circ\text{C}$ 基体温度制备的涂层以非晶态为主,在500-700 $^\circ\text{C}$ 基体温度制备的涂层以纳米结晶态为主。 Al_2O_3 涂层的厚度主要通过控制沉积时间调整。

[0041] 氮化物涂层是在 N_2 或Ar+ N_2 的混合气氛中反应溅射一个或多个金属或合金靶材制

备得到,沉积过程中气体压力为0.1-2Pa,基体温度为300-700°C。上述所有情况都是采用一种带有正负极交替变化的非对称双向脉冲电源提高偏压,其中负极变化比例为2-20%。在等离子刻蚀过程中,负极偏压和占空比范围分别为300-1200V和5-60%;沉积过程中,负极偏压和占空比分别为20-300V和10-70%。

[0042] 本专利中沉积的三种类型涂层

[0043] (1) 厚度为1-10 μ m的Al₂O₃单涂层。高速切削过程中,Al₂O₃涂层主要起到热和化学隔障层作用,使刀具在切削加工过程中保持刀刃强度的稳定性。

[0044] (2) 多层涂层,包含至少两种涂层材料,即一层硬质氮化物和一层Al₂O₃涂层。在这种涂层架构中,Al₂O₃涂层主要起到热和化学隔障层作用,其下硬质氮化物与基体相邻,保障涂层在600-1200°C下的高硬度、良好的强度和涂层基体结合力,同时作为基体和Al₂O₃涂层之间的过渡层,起到调整涂层内应力分布和改善抗疲劳性能的作用。

[0045] (3) 多层或纳米多层涂层,由硬质氮化物层和Al₂O₃层交替沉积而成。硬质氮化物和Al₂O₃层的厚度范围分别为5-20纳米到几个微米,交替沉积层数达到4-1000层。在高速切削加工过程中,Al₂O₃涂层主要起到热和化学隔障层作用,使刀具在加工时保持刀刃强度的稳定性。通常在涂层表层涂覆一层金黄色TiN涂层,便于用肉眼辨别加工过程中涂层刀具情况。硬质氮化物涂层、Al₂O₃涂层和TiN涂层的厚度分别为1-10 μ m,1-10 μ m和1-2 μ m。Al₂O₃涂层和硬质氮化物涂层的厚度由沉积时间长短控制调节。

[0046] 理论实例

[0047] [理论实例一]

[0048] 以Si₃N₄基陶瓷刀片(添加5wt%的TiN和5wt%Y₂O₃)作为涂层基体。在将基体放入真空室进行涂层沉积之前,对基体进行打磨、抛光和超声清洗使其表面达到光整的镜面效果。超声波清洗剂为丙酮和甲醇,清洗后在N₂气氛中干燥。系统真空度为5 \times 10⁻³Pa,基体温度450°C。随后,采用高频双向脉冲偏压在压强为3Pa的Ar气氛中对刀片表面进行等离子刻蚀清洗,持续时间为30min。在对刀片表面进行等离子刻蚀清洗刻蚀过程中,负偏压和占空比分别为800V和30%。

[0049] 用双向脉冲DMS技术在氮化硅刀片基体表面通过反应沉积制备厚度为3 μ m的Al₂O₃单涂层。双向脉冲DMS技术中,将对称双向脉冲电源施加于阴极靶两端,阴极靶的材料为纯Al靶,在Ar与O₂的混合气氛中通过Al靶与气氛中的O₂反应生成Al₂O₃涂层。涂层沉积过程中基体温度为450°C,气体压强为0.5 Pa;正偏压和负偏压分别保持在30V和200V。频率为80Hz,占空比为40%。

[0050] [理论实例二]

[0051] 根据理论实例一的做法,在添加剂含量为10wt%TiN和5wt%Y₂O₃的Si₃N₄基陶瓷刀具表面制备单层Al₂O₃涂层。

[0052] [理论实例三]

[0053] 根据理论实例一的做法,在添加剂含量为15wt%TiN和5wt%Y₂O₃的Si₃N₄基陶瓷刀具表面制备单层Al₂O₃涂层。

[0054] [理论实例四]

[0055] 根据理论实例一的做法,在添加剂含量为5wt%TiCN和5wt%Y₂O₃的Si₃N₄基陶瓷刀具表面制备单层Al₂O₃涂层。

[0056] [理论实例五]

[0057] 采用双极脉冲磁控溅射导电 Al_2O_3 靶的方法,在 Si_3N_4 基陶瓷刀具表面沉积厚度为 $3\mu\text{m}$ 的 Al_2O_3 涂层。导电 Al_2O_3 靶材是通过在 Al_2O_3 粉体中添加5wt%纯金属Cr粉烧结而成。涂层前处理同理论实例一。涂层制备过程中,混合气氛为70%Ar和30% O_2 ,沉积温度为 450°C ,压力为 0.5Pa 。

[0058] [理论实例六]

[0059] 通过磁控溅射导电 Al_2O_3 靶材(含5wt%纯金属Cr),在添加剂含量为10wt%TiN和5wt% Y_2O_3 的 Si_3N_4 基陶瓷刀具表面沉积厚度为 $3\mu\text{m}$ 的 Al_2O_3 涂层,沉积条件同理论实例五。

[0060] [理论实例七]

[0061] 通过磁控溅射导电 Al_2O_3 靶材(含5wt%纯金属Cr),在添加剂含量为15wt%TiN和5wt% Y_2O_3 的 Si_3N_4 基陶瓷刀具表面沉积厚度为 $3\mu\text{m}$ 的 Al_2O_3 涂层,沉积条件同理论实例五。

[0062] [理论实例八]

[0063] 通过磁控溅射导电 Al_2O_3 靶材(含5wt%纯金属Cr),在添加剂含量为5wt%TiCN和5wt% Y_2O_3 的 Si_3N_4 基陶瓷刀具表面沉积厚度为 $3\mu\text{m}$ 厚的 Al_2O_3 涂层,沉积条件同理论实例五。

[0064] [理论实例九]

[0065] 通过磁控溅射导电 Al_2O_3 靶材(含3wt%纯金属Cr),在添加剂含量为5wt%TiN和5wt% Y_2O_3 的 Si_3N_4 基陶瓷刀具表面沉积厚度为 $3\mu\text{m}$ 的 Al_2O_3 涂层,沉积条件同理论实例五。

[0066] [理论实例十]

[0067] 通过磁控溅射导电 Al_2O_3 靶材(含1wt%纯金属Cr),在添加剂含量为5wt%TiN和5wt% Y_2O_3 的 Si_3N_4 基陶瓷刀具表面沉积厚度为 $3\mu\text{m}$ 的 Al_2O_3 涂层,沉积条件同理论实例五。

[0068] [理论实例十一]

[0069] 通过磁控溅射导电 Al_2O_3 靶材(含5wt%纯金属Pt),在添加剂含量为5wt%TiN和5wt% Y_2O_3 的 Si_3N_4 基陶瓷刀具表面沉积厚度为 $3\mu\text{m}$ Al_2O_3 涂层,沉积条件同理论实例五。

[0070] [理论实例十二]

[0071] 通过磁控溅射导电 Al_2O_3 靶材(含5wt%的SiC),在 Si_3N_4 基陶瓷刀具添加剂含量5wt%TiN和5wt% Y_2O_3)表面沉积厚度为 $3\mu\text{m}$ 的 Al_2O_3 涂层,沉积条件同例五。

[0072] [理论实例十三]

[0073] 在 Si_3N_4 基陶瓷刀片上采用PVD技术制备如下结构的复合涂层: $3.0\mu\text{mTiN}+3.0\mu\text{mAl}_2\text{O}_3+1.0\mu\text{mTiN}$ 的涂层。其中,TiN涂层是通过在 N_2 压力为 1Pa 的气氛中反应溅射Ti靶获得的,沉积过程中基体温度为 400°C 。负极偏压由非对称双向脉冲电源提供,该电源可以产生 20V 的正偏压。

[0074] [理论实例十四]

[0075] 在 Si_3N_4 基陶瓷刀片上采用PVD技术制备如下结构的复合涂层: $3.0\mu\text{mTiN}+3.0\mu\text{mAl}_2\text{O}_3+1.0\mu\text{mTiN}$ 的涂层。其中 Si_3N_4 基陶瓷刀片含有5wt% TiN和5wt% Y_2O_3 。TiN涂层的沉积方法同例十三, Al_2O_3 涂层的沉积方法同理论实例五。

[0076] [理论实例十五]

[0077] 在 Si_3N_4 基陶瓷刀片上采用PVD技术制备如下结构的复合涂层: $3.0\mu\text{mTiAlN}+3.0\mu\text{mAl}_2\text{O}_3+1.0\mu\text{mTiN}$ 的涂层。其中 Si_3N_4 基陶瓷基体中含5wt%TiN和5wt% Y_2O_3 。 Al_2O_3 涂层的沉积同例一。TiAlN涂层的沉积是通过在 1Pa 压力的 N_2 气氛中反应溅射TiAl靶获得,沉积过程中基

体温度为400°C。负极偏压由非对称双向脉冲电源提供,该电源可以产生20V的正电压。沉积过程中,负偏压为200V,占空比为30%。表层TiN涂层沉积同例十三。

[0078] [理论实例十六]

[0079] 在Si₃N₄基陶瓷刀片上采用PVD技术制备如下结构的复合涂层:3.0μmTiAlN+3.0μmAl₂O₃+1.0μmTiN的涂层。其中Si₃N₄基陶瓷基体含5wt%TiN和5wt%Y₂O₃。Al₂O₃涂层的沉积同例五。TiAlN和TiN涂层沉积分别同理论实例十一和十三。

[0080] [理论实例十七]

[0081] 在Si₃N₄基陶瓷刀片上采用PVD技术制备如下结构的复合涂层:2.0μmTiAlN+3.0μmAl₂O₃+1.0μmTiN的涂层。其中Si₃N₄基陶瓷基体含5wt%TiN和5wt%Y₂O₃。Al₂O₃涂层沉积同例五。TiAlN和TiN涂层的沉积分别同理论实例十一和十三。

[0082] [理论实例十八]

[0083] 在Si₃N₄基陶瓷刀片上采用PVD技术制备如下结构的复合涂层:2.0μmTiAlN+4.0μmAl₂O₃+1.0μmTiN的涂层。其中Si₃N₄基陶瓷刀片含5wt%TiN和5wt%Y₂O₃。Al₂O₃涂层沉积同理论实例五。TiAlN和TiN涂层沉积同理论实例十一和十三。

[0084] [理论实例十九]

[0085] 采用PVD技术在Si₃N₄基陶瓷刀片制备由20层TiAlN和Al₂O₃薄膜交替沉积组成的多层复合涂层,单涂层厚度为1.0μm, Si₃N₄基陶瓷刀片基体含5wt%TiN和5wt%Y₂O₃。TiAlN和Al₂O₃薄膜分别采用理论实例十五和理论实例一的方法沉积。最后,再在涂层表面沉积一层厚度为1.0 μm的TiN涂层,沉积方法同理论实例十三。

[0086] [理论实例二十]

[0087] 采用PVD技术在Si₃N₄基陶瓷刀片表面上制备由20层TiAlN和Al₂O₃薄膜交替而成的多层复合涂层,单层厚度为1.0μm,基体中含5wt%TiN和5wt%Y₂O₃。TiAlN和Al₂O₃薄膜分别采用例十五和例五的方法沉积。最后,再在涂层表面沉积一层厚度为1.0 μm的TiN涂层,沉积方法同理论实例十三。

[0088] [理论实例二十一]

[0089] 采用PVD技术在Si₃N₄基陶瓷刀片表面上制备由20层TiAlN和Al₂O₃薄膜交替而成的多层复合涂层,单层厚度为0.5μm,基体中含5wt%TiN和5wt%Y₂O₃。TiAlN和Al₂O₃薄膜的制备分别同理论实例十五和理论实例一。TiAlN和Al₂O₃薄膜分别采用理论实例十五和理论实例五的方法沉积。最后,再在涂层表面沉积一层厚度为1.0 μm的TiN涂层,沉积方法同理论实例十三。

[0090] [理论实例二十二]

[0091] 采用PVD技术在Si₃N₄基陶瓷刀片表面上制备由20层TiAlN和Al₂O₃薄膜交替而成的多层复合涂层,单层厚度为0.3μm,基体中含5wt%TiN和5wt%Y₂O₃。TiAlN和Al₂O₃薄膜分别使用理论实例十五和理论实例一的方法沉积。最后,再在涂层表面沉积一层厚度为1.0 μm的TiN涂层,沉积方法同理论实例十三。

[0092] [理论实例二十三]

[0093] 采用PVD技术在Si₃N₄基陶瓷刀片表面上制备由20层TiAlN和Al₂O₃薄膜交替而成的多层复合涂层,单层厚度为10nm,基体中含5wt%TiN和5wt%Y₂O₃。TiAlN和Al₂O₃涂层的制备分别同理论实例十五和理论实例一。最后,在涂层表面沉积一层厚度为1.0 μm的TiN涂层,沉

积方法同理论实例十三。

[0094] [理论实例二十四]

[0095] 采用PVD技术在 Si_3N_4 基陶瓷刀片表面上制备由100层TiAlN和 Al_2O_3 薄膜交替而成的多层复合涂层,每层厚度为10nm,刀片基体含有30wt%的TiN。薄膜交替沉积同理论实例二十一。最后,在涂层表面沉积一层厚度为1.0 μm 的TiN涂层,沉积方法同例13。

[0096] [理论实例二十五]

[0097] 采用PVD技术在 Si_3N_4 基陶瓷刀片表面上制备由50层TiAlN和 Al_2O_3 薄膜交替而成的多层复合涂层,每层厚度为20nm,刀片基体含5wt%TiN和5wt% Y_2O_3 。薄膜交替沉积同理论实例十七。最后,在涂层表面沉积一层厚度为1.0 μm 的TiN涂层,沉积方法同理论实例十三。

[0098] [理论实例二十六]

[0099] 采用PVD技术在 Si_3N_4 基陶瓷刀片表面上制备由50层TiAlN和 Al_2O_3 薄膜交替而成的多层复合涂层,每层厚度为10nm,刀片基体含5wt%TiN和5wt% Y_2O_3 。薄膜交替沉积同理论实例二十一。最后,在涂层表面沉积一层厚度为1.0 μm 的TiN涂层,沉积方法同理论实例十三。

[0100] [理论实例二十七]

[0101] 采用PVD技术在 Si_3N_4 基陶瓷刀片表面上制备由50层TiAlN和 Al_2O_3 薄膜交替而成的多层复合涂层,每层厚度为15nm,刀片基体含5wt%TiN和5wt% Y_2O_3 。薄膜交替沉积同理论实例十七。最后,在涂层表面沉积一层厚度为1.0 μm 的TiN涂层,沉积方法同理论实例十三。

[0102] [理论实例二十八]

[0103] 采用PVD技术在 Si_3N_4 基陶瓷刀片表面上制备由50层TiAlN和 Al_2O_3 薄膜交替而成的多层复合涂层,每层厚度为25nm,刀片基体含5wt%TiN和5wt% Y_2O_3 。薄膜交替沉积同理论实例二十一。最后,在涂层表面沉积一层厚度为1.0 μm 的TiN涂层,沉积方法同理论实例十三。

[0104] [理论实例二十九]

[0105] 采用PVD技术在 Si_3N_4 基陶瓷刀片表面上制备由50层TiAlN和 Al_2O_3 薄膜交替而成的多层复合涂层,每层厚度为15nm,刀片基体含有30wt%的TiN。薄膜交替沉积同理论实例二十一。最后,在涂层表面沉积一层厚度为1.0 μm 的TiN涂层,沉积方法同理论实例十三。

[0106] [理论实例三十]

[0107] 在 Si_3N_4 基陶瓷刀片上使用PVD技术沉积一种纳米多层涂层,由50层TiAlN和 Al_2O_3 薄膜交替沉积组成,每层厚度为15nm,刀片基体添加有30wt%的TiN。TiAlN和 Al_2O_3 涂层的交替沉积同理论实例十七。最后,在涂层表面沉积一层厚度为1.0 μm 的TiN涂层,沉积方法同理论实例十三。

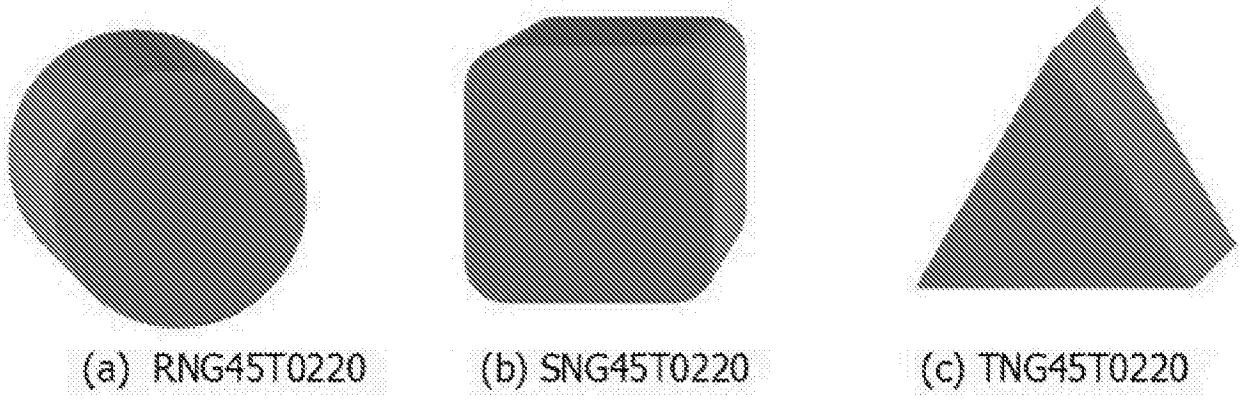


图1



图2



图3

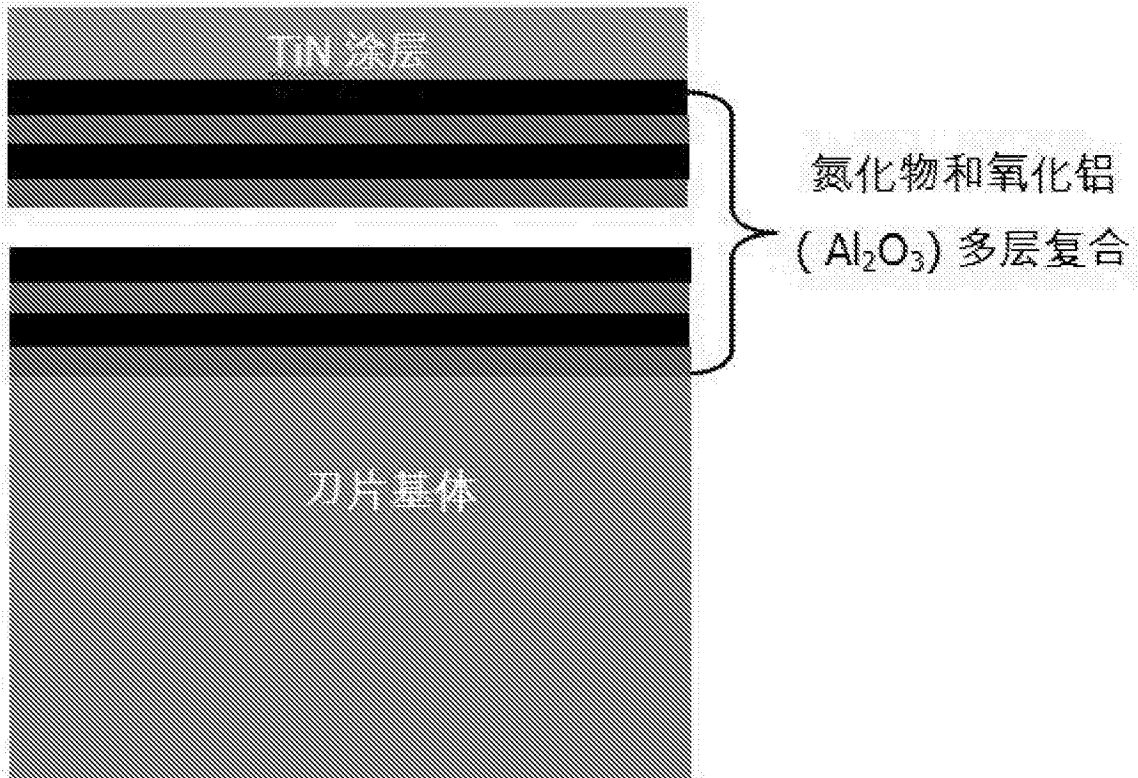


图4