



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 108884551 A

(43)申请公布日 2018.11.23

(21)申请号 201780015393.5

马丁·卡特赖因

(22)申请日 2017.03.03

(74)专利代理机构 北京市万慧达律师事务所

(30)优先权数据

11111

GM49/2016 2016.03.07 AT

代理人 田欣欣 段晓玲

(85)PCT国际申请进入国家阶段日

(51)Int.Cl.

2018.09.05

G23C 14/06(2006.01)

(86)PCT国际申请的申请数据

G23C 28/04(2006.01)

PCT/AT2017/000010 2017.03.03

G23C 28/00(2006.01)

(87)PCT国际申请的公布数据

W02017/152196 DE 2017.09.14

(71)申请人 森拉天时奥地利有限公司

地址 奥地利洛特市

申请人 普兰西复合材料有限公司

(72)发明人 克里斯托夫·切特尔

马库斯·波勒 皮特·波尔契克

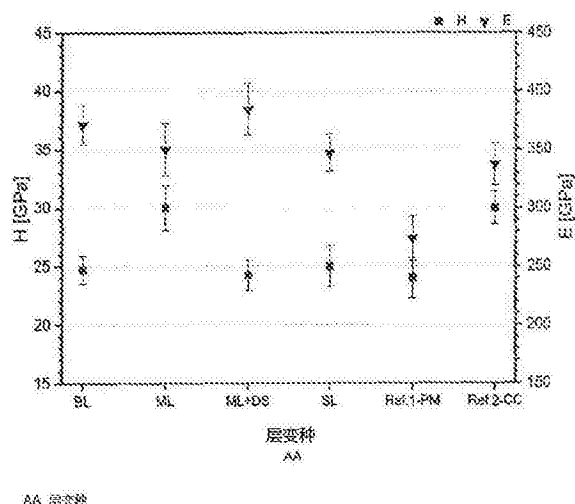
权利要求书2页 说明书10页 附图3页

(54)发明名称

在基底、硬材料层、加工工具和涂层源上产生硬材料层的方法

(57)摘要

本发明涉及在基底上产生硬材料层的方法，其中通过物理气相沉积(PVD)交替将CrTaN和AlTiN沉积使得多层涂层系统应用于基底，其中优选地CrTaN和/或AlTiN由复合靶沉积的。



1. 一种在基底上产生硬材料层的工艺,其特征在于,通过物理气相沉积(PVD)交替将CrTaN和AlTiN沉积,多层涂层系统应用于基底。

2. 如权利要求1所述的工艺,其特征在于,CrTaN是由复合靶沉积的,优选是由Ta含量为1-60at%的复合靶沉积的,优选是Ti含量在20-30at%,优选是Ta含量为25at%。

3. 如权利要求1或2所述的工艺,其特征在于,AlTiN是由复合靶沉积的,优选是从Ti含量为10-80at%的复合靶沉积的,优选是Ti含量在25-50at%,优选是Ti含量为40at%。

4. 如前述任一权利要求所述的工艺,其特征在于,具有一个 $Al_xTi_{1-x}N$ 原子组成的AlTiN应用于基底,其中 $0.2 \leq x \leq 0.9$,优选是 $0.4 \leq x \leq 0.8$,尤其优选 $0.5 \leq x \leq 0.7$,由GDOES或EDX测量。

5. 如上述任一项权利要求所述的工艺,其特征在于,具有一个 $Cr_{1-y}Ta_yN$ 原子组成的CrTaN应用于基底,其中 $0.01 \leq y \leq 0.65$,优选是 $0.2 \leq y \leq 0.4$,尤其优选 $0.25 \leq y \leq 0.35$,由GDOES或EDX测量。

6. 如上述任何一项权利要求中所述的工艺,其特征在于,多层涂层系统的单层被沉积在厚度从5纳米到200纳米之间,优选是10纳米到100纳米,特别是15纳米。

7. 如上述任何一项权利要求中所述的工艺,其特征在于,在10至5000层之间,优选在25至1000层之间,特别是在50至250层之间,分层交替地沉积在多层涂层系统中。

8. 如上述任何一项权利要求中所述的工艺,其特征在于,在多层涂层系统中,至少有一层AlTiXN替代AlTiN或CrTaN,其中 $X=Ta, V, Si, Mo$ 或 Hf ,而AlTiXN优选是从复合靶沉积的。

9. 如上述任何一项权利要求中所述的工艺,其特征在于,AlTiN底层通过物理气相沉积(PVD)首先沉积在基底上,优选厚度从0.5到10 μm ,尤其优选从1到5 μm ,尤其优选2 μm ,并且通过交替沉积CrTaN和AlTiN层,多层涂层系统被应用于所述AlTiN底层。

10. 如权利要求9所述的工艺,其特征在于,由AlTiXN构成的底层被沉积代替AlTiN,其中 $X=Ta, V, Si, Mo, Hf$,而AlTiXN优选是从复合靶沉积地。

11. 如上述任何一项权利要求中所述的工艺,其特征在于,由TiN或CrTaN构成的涂层通过物理气相沉积(PVD)被应用于多层涂层系统的上面,优选的厚度从0.1到10 μm ,优选从0.5到5 μm ,特别是优选1 μm 。

12. 在基底上的一种硬材料层,其特征在于,硬材料层是由上述任何一项权利要求中所述的工艺形成的。

13. 一种具有由硬质合金构成的基底的刀具,其特征在于,通过物理气相沉积(PVD)在基底上交替沉积CrTaN和AlTiN层,从而形成多层涂层系统。

14. 如权利要求13所述的刀具,其特征在于,AlTiN底层被提供在基底和CrTaN/AlTiN多层涂层系统之间,优选的厚度从0.5到10 μm ,尤其优选从1到5 μm ,尤其优选2 μm 。

15. 如权利要求13或14所述的刀具,其特征在于,至少一个由TiN或CrTaN构成的涂层被应用在CrTaN/AlTiN多层涂层系统的上面,优选的厚度从0.1到10 μm ,优选从0.5到5 μm ,特别是优选1 μm 。

16. 在基底上生产用于CrTaN的物理气相沉积(PVD)的涂层源的工艺,优选是根据权利要求1-11中任一所述的工艺中用于CrTaN的沉积,其特征在于,纯Cr粉和纯Ta粉的粉末混合物被提供并且涂层源是由粉末混合物热致密化成形。

17. 如权利要求16所述的工艺,其特征在于,粉末混合物具有Ta含量为1-60at%,优选

是Ta含量在20-30at%，尤其是Ta含量在25at%。

18.如权利要求16或17所述的工艺,其特征在于,Cr粉的粒度大小和/或Ta粉的粒度大小是低于45 μ m。

19.如权利要求16至18中任一项所述的工艺,其特征在于,热致密化是通过热压进行的,通过电流的直接通道进行压制,例如火花等离子烧结 (SPS) 或热等静压 (HIP)。

20.如权利要求16至19中任一项所述的工艺,其特征在于,在热压发生在1100-1750℃的温度范围内,优选是在1300-1500℃的温度范围,和处理时间优选是小于一个小时。

在基底、硬材料层、加工工具和涂层源上产生硬材料层的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种在基底上制备硬材料层的工艺,其中通过PVD方法在基底上沉积了多层涂层系统。该工艺优选用于生产车削、铣削或其他切削加工方法的刀具。

[0002] 本发明进一步涉及一种硬质材料层以及一种刀具,优选为切削体或可转位切削板或固体硬质合金刀具。

[0003] 本发明进一步涉及一种制备涂层源的工艺,也涉及用于在基底上进行硬质材料层的工艺的涂层源。

背景技术

[0004] 为了提高易磨损刀具和其他零件的耐磨性,我们了解了采用硬质材料层来进一步提高各自零件的耐磨性。

[0005] 相应的硬质材料涂层通常通过物理或化学气相沉积的方式沉积在同样耐磨的基底材料上。这里使用的基底材料有,例如硬质合金、金属陶瓷、硬质材料或工具钢。

[0006] 就本发明而言,硬质合金是一种复合材料,通常包括由碳化钨(WC)组成的主相和另外的碳化物和金属粘结剂或相应的金属基底组成的可选相。钴、镍和/或铁通常用作金属基底。作为另外的碳化物,可以使用第四(钛基)、第五(钒基)和第六(铬基)过渡基的金属碳化物,即例如钽、铌、钨、钼等。

[0007] 就本发明而言,金属陶瓷是一种以碳化物,包括碳化钛为主相的复合材料。粘结剂的主要成分通常是镍和/或钴。

[0008] 本发明的硬质材料是硬度大于10GPa的材料。

[0009] 工具钢是按照DIN17300标准依次使用的钢,这些钢是由它们在工具中的使用来定义的。

[0010] 在涂层工艺中,可通过化学或物理途径对生产刀具的相应基底进行涂层。相应的涂层工艺有CVD工艺,又称化学气相沉积,PVD工艺,又称物理气相沉积。下面只讨论PVD工艺。

[0011] 已知的PVD工艺包括尤其是,热汽化、电子束汽化、磁控溅射、激光束汽化和电弧汽化。在所有PVD工艺中,要沉积的材料都以固态形式存在于真空涂层室中。这种材料,也被称为涂层源或靶,被轰击蒸发,例如,激光束,磁偏转的离子或电子,或通过电弧放电的方式。蒸气中原子、离子或较大团簇的比例因工艺而异。

[0012] 蒸发后的物质会以弹道的方式或由电场引导穿过腔体,并撞击待涂层的部分,在那里形成层。

[0013] 当蒸发的物质撞击基底时,由于凝结,它们开始沉积在基底表面。粒子并不停留在撞击基底的地方,而是根据它们的能量有多高沿表面(表面扩散)移动,以找到一个能量更有利的位置。这些地方在晶体表面有最多的原子邻居(更高的结合能)。

[0014] 几乎所有的金属和碳都可以通过各种PVD变体以非常纯的形式沉积下来。如果将氧、氮或碳氢化合物等活性气体引入该工艺,氧化物、氮化物或碳化物也可沉积。

[0015] 众所周知来自Čekada等(Vakuum 52, 1999/461-467) CrTaN硬材料涂层具有 $\text{Cr}_{0.58}\text{Ta}_{0.42}\text{N}$ 或 $\text{Cr}_{0.17}\text{Ta}_{0.83}\text{N}$ 的成分,可以通过PVD应用于基底。该涂层具有立方结构和良好的抗氧化性能。结果表明,无论是富铬的 $\text{Cr}_{0.58}\text{Ta}_{0.42}\text{N}$ 涂层还是富钽的 $\text{Cr}_{0.17}\text{Ta}_{0.83}\text{N}$ 涂层都没有传统的CrN或TaN二元涂层的优势。

[0016] Chen等人研究了单层、结晶的 $\text{Ta}_{48}\text{N}_{52}$ 和 $\text{Cr}_{23}\text{Ta}_{27}\text{N}_{50}$ 涂层,以及几乎无定形的 $\text{Ta}_{22}\text{Si}_{19}\text{N}_{59}$ 和 $\text{Cr}_6\text{Ta}_{25}\text{Si}_{11}\text{N}_{58}$ 涂层,这些涂层采用共溅射工艺应用于硅基底上。(Y.L.陈等人的serve.code.technol.(2014) <http://dx.doi.org-10.1016/jp.serve.code.2014.02.005>)。

[0017] Chen等人(表面与涂层技术20062011/1640-1647)也在WC基底上使用无加热的反应磁控溅射沉积单层CrTaN涂层。CrTaN层具有立方(fcc)结构,具有优先(111)取向。据公开的内容,该层非常适合用于玻璃熔池或切割工具的氧化防护。

发明内容

[0018] 从已知的现有技术,本发明的对象提供一个工艺在基底生产硬材料层,还有硬材料层和刀具,其具有进一步改善的耐磨性和硬度的特性。

[0019] 此对象是通过具有权利要求1的特征的工艺实现的。有利的实施例可以从从属权利要求中派生出来。

[0020] 因此,本发明提出了一种在基底上制备硬材料层的工艺,其中,根据本发明,通过物理气相沉积(PVD)将CrTaN和AlTiN交替沉积应用于基底上的多层涂层系统。

[0021] 相比现有技术生产硬材料层的工艺,特别是CrTaN硬材料层,多层涂层系统建立了由CrTaN和AlTiN交替沉积可以实现显著增加硬质材料层的沉积硬度。与现有技术中讨论的CrTaN单层相比,这对磨损性能有积极的影响。与CrTaN和AlTiN两层系统的形成相比,硬度也有了显著的提高。

[0022] 众所周知,由纯CrTaN组成的单层硬材料涂层具有低摩擦系数,因此在原则上很适合切削和加工刀具。然而,由纯CrTaN组成的硬质材料层的耐磨性也不是很高。

[0023] 另一方面,可以通过从CrTaN和AlTiN中制备多层涂层系统来显著提高硬度,从而以这种方式显著提高制备的硬材料层用于切削和加工工具的适用性。此外,由CrTaN和AlTiN组成的多层涂层系统使得与纯AlTiN层相比摩擦系数降低成为可能,从而提高了切削和加工工具的性能。

[0024] 此外,还发现CrTaN热分解为 Cr_2N 和 Ta_2N ,就像单层涂层会发生的那样,正如文献中描述的那样,在很大程度上是通过多层涂层系统的沉积来抑制的。这导致了上述方法生产的硬材料层特别适合高温使用。因此,这个工艺提出了适合生产硬材料层并且硬材料层不仅适合在磨损保护层使用于工具,例如在硬质合金可转位切割板或固体硬质合金工具,也可以,例如,还需要用于玻璃溶体容器的元素的氧化保护。

[0025] 研究还发现,交替应用的CrTaN层可以稳定AlTiN层的立方晶体结构,从而通过上述多层涂层系统的生产,形成基本稳定的立方晶体结构。

[0026] 该工艺的优选配置是,使CrTaN沉积时从复合靶中添加氮,优选从Ta含量为1-60at%的复合靶中添加氮。优选是Ta含量在20-30at%,优选是Ta含量为25at%。

[0027] 还优先考虑从复合靶(优选是Ti含量为10-80at%的复合靶)中添加氮来沉积

AlTiN的工艺的实施例。优选是Ti含量在25-50at%，优选是Ti含量为40at%。

[0028] 上述复合靶中CrTaN和/或AlTiN的沉积,不仅能够形成稳定的立方晶体结构,而且在每一种情况下都能形成各自的CrTaN和/或AlTiN层的单相沉积,对使用寿命有有利的影响。

[0029] 复合靶的使用也使使用多个靶来避免更复杂的共溅射成为可能,从而实现更有效的涂层工艺。

[0030] 在多层涂层系统中,优选具有 $Al_xTi_{1-x}N$ 的原子组成的AlTiN被应用于基底,其中 $0.2 \leq x \leq 0.9$,优选是 $0.4 \leq x \leq 0.8$,尤其优选 $0.5 \leq x \leq 0.7$ 。采用辉光放电光谱学(下称GDOES)或能量色散x射线光谱(下称EDX)优选地测量了层的组成。

[0031] 在多层涂层系统中,优选具有 $Cr_{1-y}Ta_yN$ 的原子组成de CrTaN应用于基底,,其中 $0.01 \leq y \leq 0.65$,优选是 $0.2 \leq y \leq 0.4$,尤其优选 $0.25 \leq y \leq 0.35$,由GDOES或EDX测量。

[0032] 上述CrTaN和AlTiN的组合形成了一种特别坚硬的多层涂层系统,形成稳定的立方晶体结构,形成硬材料层。

[0033] 目前,多层涂层系统是通过PVD在基底上交替应用CrTaN和AlTiN层的系统。在这里,多层涂层系统的单层最好沉积在厚度范围从5到200纳米,最好是10到100纳米,特别是15纳米。

[0034] 在多层涂层系统中,优先选择10-5000层,优选是25-1000层,特别是50-250层交替沉积。这样,就有可能沉积一个稳定的硬材料层,同时允许高效地生产整个硬材料层。

[0035] 由于层的层厚度和数字显示,一个高效的比率硬度、稳定性、耐磨性和操作的硬材料层是首先提供,其次,工艺时间短,并因此硬材料层的合算的生产也需要。

[0036] 作为基底材料,优先使用硬质合金、金属陶瓷、硬质材料或工具钢,基底在应用各自的涂层前优选经过预处理。

[0037] 在该工艺的另一种实施方式中,在多层涂层系统中,至少有一层AlTiXN代替AlTiN与CrTaN交替沉积,其中 $X=Ta, V, Si, Mo$ 或Hf,且AlTiXN优选是从复合靶沉积的。由于Ta、V、Si、Mo或Hf的加入,使得硬材料层材料性能进一步发生变化,而如上文所述的基本有利性能将继续保持下去。

[0038] 优选给出一个AlTiN底层首先通过物理气相沉积(PVD)被沉积于基底,优选的厚度从0.5到10 μm ,尤其优选从1到5 μm ,特别优选2 μm ,并且多层涂层系统被应用到这个AlTiN底层通过交替沉积CrTaN和AlTiN。

[0039] 底层在基底和多层涂层系统之间提供了一结合层,从而使硬材料层与底层之间的粘附性更好。

[0040] 作为一种替代方法,由AlTiXN组成的底层可以被沉积代替AlTiN,其中 $X=Ta, V, Si, Mo$ 或Hf,而AlTiXN优选是从复合靶沉积。

[0041] 此外,涂层由TiN或CrTaN可以通过物理气相沉积(PVD)应用在多层涂层系统的上面,优选是在一个厚度从0.1到10 μm ,优选从0.5到5 μm 特别是优选1 μm 。涂层的应用使得进一步有利地适应硬材料层的性能成为可能,例如以增加杨氏模量的形式。

[0042] 多层涂层系统,优选与各自的涂层结合,优选可以进行后处理,例如湿喷、干喷或着色,其表面结构和/或表面粗糙度优选与各自的预期应用领域相匹配。

[0043] CrTaN层的沉积优选来自于CrTa复合靶,优选自为75/25原子组成的CrTa复合靶。

例如,在这种情况下,EDX可以测量 $\text{Cr}_{0.71}\text{Ta}_{0.29}\text{N}$ 沉积的CrTaN层的化学成分。

[0044] 上述对象也通过如权利要求12所述的硬材料层实现,其中通过上述工艺在基底上形成硬材料层。

[0045] 此外,上述对象也通过具有如权利要求13所述硬质合金构成的基底的刀具来实现。有利的实施例可以从从属权利要求中派生出来。

[0046] 据此,提出了一种具有硬质合金基底的刀具。根据本发明,通过物理气相沉积(PVD),通过CrTaN和AlTiN的交替沉积,将多层涂层系统应用于基底。

[0047] 在此,我们获得了上述工艺的优点,在基底上形成了这个硬材料层,从而形成了刀具。硬材料层的高硬度加上相对低的摩擦系数特别有利。

[0048] AlTiN底层是被有利地提供到基底和CrTaN/AlTiN多层涂层系统之间,优选是在一个厚度从0.5到10 μm ,尤其优选从1到5 μm ,非常特别的优选2 μm 。

[0049] 也有利于至少一个TiN或CrTaN组成的涂层被应用于在CrTaN/AlTiN多层涂层系统的上面,优选的厚度从0.1到10 μm ,优选从0.5到5 μm 特别是优选1 μm 。

[0050] 该刀具的基底的预处理是有利,优选是抛光,在应用各自的涂层之前。

[0051] 为了使刀具具有特别有利的用途,优选对CrTaN/AlTiN多层涂层系统进行后处理,并且表面结构和/或表面粗糙度与各自的应用相匹配,特别是通过湿喷、干喷和/或着色。

[0052] 在上述制备硬材料层的工艺中,优选使用复合靶沉积CrTaN。因此,本发明的另一个目标是提供一种制造涂层源的工艺,用于进行制造硬材料层的工艺,以及一种涂层源。

[0053] 该对象是通过生产具有权利要求16特征的涂层源的工艺来实现的。有利的实施例可以从从属的权利要求中派生出来。

[0054] 据此,提出了一种用于CrTaN物理气相沉积(PVD)的涂层源的制备工艺,其中,根据本发明,提供了纯Cr粉和纯Ta粉的粉末混合物,并提出了由粉末混合物的热致密化成形的涂层源。

[0055] 以这种方式,用于在PVD设备中沉积CrTaN的涂层源,通过该涂层源可以实现具有预定原子组成的CrTaN的沉积,由此产生的层有一个稳定的立方晶体结构,由一个单一的阶段构成,可以提供一个简单的方法。

[0056] 热致密化前的粉末混合料优选具有1-60at%的Ta含量。优选是Ta含量在20-30at%,非常特别,优选是Ta含量为25at%。通过这种方法可以实现在沉积层中被认为是有利的组合。

[0057] Cr粉和/或Ta粉的颗粒大小优选低于45 μm ,为了实现特别均匀混合的粉末混合,实现特别细分散 Cr_2Ta 阶段的热致密化。

[0058] 热致密化优选通过热压、等离子烧结(SPS)或热等静压(HIP)进行,优选通过加热导体和/或直接通过电流在压制工艺中对粉末进行处理和/或感应加热。

[0059] 为了实现一个有利的涂层的微观结构,热压优选是发生在一个温度范围1100-1750 $^{\circ}\text{C}$,尤其是优选的温度范围1300-1500 $^{\circ}\text{C}$ 。

[0060] 处理时间优选不超过1小时,以避免再结晶和保留微结构的细粒度性质。此外,在烧结时间较短的情况下,也不会发生Ta完全转化为 Cr_2Ta 相的情况,因此在涂层源的微观结构中存在着纯Ta相、纯Cr相和 Cr_2Ta 相三个相。

附图说明

- [0061] 本发明进一步优选实施例和方面,如下图的描述所示。
- [0062] 附图如下:
- [0063] 图1给出了不同CrTaN层系统的纳米硬度H和弹性模量E的实测值,
- [0064] 图2示出在具有AlTiN底层和AlTiN/CrTaN多层涂层系统的基底,层系统的断裂表面SEM(扫描电镜)图像,
- [0065] 图3示出切削机试验测量值的示意图,
- [0066] 图4示出以CrTa复合靶为形式对涂层源进行晶界刻蚀的金相抛光截面,和
- [0067] 图5示出CrTa复合靶微观结构的相图。

具体实施方式

- [0068] 下面借助附图描述了优选的工作实施例。在这里,相同的元素、相似的元素或具有相同效果的元素用相同的引用符号表示,为了避免在描述中出现冗余,有时会省略这些元素的重复描述。
- [0069] 为了通过物理气相沉积(PVD)制备硬材料层,通过CrTaN和AlTiN的交替沉积在基底上形成多层涂层系统。例如,硬材料层是切削或加工工具的耐磨涂层。
- [0070] 如上所述,作为PVD涂层的基底,几乎可以使用所有可用的硬质合金基底和金属陶瓷基底,并且也可以使用所有的难熔金属,这里描述的层系统也可以被想象,例如,作为玻璃熔体容器中元素的氧化保护。基底可以进行预处理,特别是抛光、研磨或喷砂,以帮助后续的硬材料层的形成和完成的涂层组件的尺寸真实性。
- [0071] 特别倾向于通过复合靶,即由多个不同相位组成建立的组合的靶来进行层的堆积。例如,在这里可以使用粉末冶金生产的复合靶。参考图4和图5,下面详细描述了CrTa复合靶的可能生产路线。
- [0072] 例如,涂层是通过PVD工艺应用于硬质合金基底的温度在400-600℃。涂层工艺可以在ARC-PVD涂层设备、溅射设备或HIPIMS设备进行。
- [0073] 通过下面的例子,给出了将CrTaN层和AlTiN层应用到基底上的层系统,应用了不同的层序列,并在每种情况下测量了多个相关参数。
- [0074] 具有AlTiN和CrTaN层的试样的说明性层序如表1所示:
- [0075] 表1:说明基底、层和后处理的组合
- [0076]

基底	层	后处理
无限制的	AlTiN/CrTaN	干或湿爆破
	AlTiN/(AlTiN/CrTaN 多层涂层系统)	
	(AlTiN/CrTaN 多层涂层系统)	
	AlTiN/(AlTiN/CrTaN 多层涂层系统)/CrTaN	

[0077] 例如,为了能够沉积这些层,在PVD设备中提供了下面表2所示靶组成部分。当提供单层涂层时,分别沉积,以测定化学成分,并用GDOES方法测定成分。为了更好地与靶组成进行比较,氮没有在下表中显示。因此,对于第一双列所示的靶组成,得到第二列序列所示的层组成,该层组成由GDOES相应确定。除了GDOES测量之外,EDX测量也可以进行。

[0078] 表2:说明性靶组成和层组成

[0079] (在每种情况下原子)

[0080]	目标		个别层的涂层(GDOES)	
	Ti	100	Ti	
	AlTi	60/40	AlTi	63/37
	CrTa	75/25	CrTa	71/29

[0081] 研究发现,在层的沉积中,在复合靶中添加氮来沉积CrTaN是有利的,优选是在Ta含量为1-60at%的复合靶中。优选是Ta含量在20-30at%,优选是Ta含量为25at%。

[0082] 特别有利的 $\text{Cr}_{1-y}\text{Ta}_y\text{N}$ 层成分范围,因此 $0.01 \leq y \leq 0.65$,优选是 $0.2 \leq y \leq 0.4$,尤其优选 $0.25 \leq y \leq 0.35$ 。

[0083] CrTaN层可由CrTa复合靶沉积,该复合靶具有多个金属靶共溅射的优点,如可以通过XRD证实的单相立方结构沉积。相应的,通过对立方晶体结构的稳定,得到了一种改进的硬材料层结构。

[0084] 为了沉积AlTiN层,我们发现从复合靶中沉积AlTiN是有利的,优选是从Ti含量为10-80at%的复合靶体中沉积。优选是Ti含量在25-50at%,优选是Ti含量为40at%。

[0085] 因此, $\text{Al}_x\text{Ti}_{1-x}\text{N}$ 层的组成范围有利地为 $0.2 \leq x \leq 0.9$,优选 $0.4 \leq x \leq 0.8$,特别优选 $0.5 \leq x \leq 0.7$ 。

[0086] 在这里,至少主要是单相立方结构是通过从复合靶沉积得到的,例如,可以通过XRD得到。

[0087] 为了建立多层涂层系统,多层涂层系统的各个层优选沉积在厚度范围从5到200纳米,优选是10到100纳米,特别是15纳米。在这些具有说明结构的样品中,每一层的厚度大约是15纳米。

[0088] 此外,还优先于沉积在10至5000之间,优选是在25至1000之间,特别是在50至250之间,交替层以建立多层涂层系统。在这里建造的样品中,大约100层交替层被沉积在多层涂层系统中。

[0089] 基于此背景,通过实例构建了以下层系统,并进行了测量:

[0090] BL:AlTiN/CrTaN双层,厚度 $2\mu\text{m}$ 的AlTiN沉积在基底和厚度 $2.9\mu\text{m}$ 的CrTaN沉积在AlTiN之上。

[0091] ML:AlTiN底层具有CrTaN/AlTiN多层涂层系统建立其上,具有厚度 $1.8\mu\text{m}$ 的AlTiN底层和厚度 $3\mu\text{m}$ 的CrTaN/AlTiN多层涂层系统。多层涂层系统的单层厚度约为15nm。

[0092] ML+DS:在其上构建AlTiN/CrTaN多层涂层系统的AlTiN底层和其上沉积有CrTaN涂层,其中CrTaN涂层具有 $1.1\mu\text{m}$ 的厚度,AlTiN/CrTaN多层涂层系统具有厚度 $2\mu\text{m}$ 并且底层AlTiN的厚度为 $1.9\mu\text{m}$ 。多层涂层系统的单层厚度约为15nm。

[0093] SL:CrTaN作为单层具有CrTaN的 $2.5\mu\text{m}$ 层厚度。

[0094] Ref.1-PM:由AlTiN作为单层构成的参考层,由厚度为2.8 μm 的60/40Al/Ti复合靶沉积。

[0095] Ref.2-CC:由AlTiN作为单层构成的参考层,由厚度为3 μm 的60/40AlTiN塞靶沉积。

[0096] 下面的表3显示了由AlTiN底层和CrTaN单层组成的系统的层序列,因此这里没有选择多层涂层系统。这个结构与上面指定的BL样品相对应。

[0097] 表3:说明层序、层厚和层的化学组成,从基底开始

[0098]

No.	层类型	层厚度 [μm]			化学组成	测量方法
		有意的	最小	最大		
2	CrTaN	3.0	0.5	7.0	(Cr _{0.71} Ta _{0.29})N	EDX
1	AlTiN	2.0	0.5	7.0	(Al _{0.63} Ti _{0.37})N	EDX

[0099] 在下面的表4中,在AlTiN底层应用了多层涂层系统,在多层涂层系统中,单个层厚度约为15nm。该结构与上述样品ML相对应。

[0100] 表4:说明层序、层厚和层的化学组成从基底开始

[0101]

No.	层类型	层厚度 [μm]			化学组成	测量方法
		有意的	最下	最大		
2	CrTaN/AlTiN	3.0	0.5	7.0		
1	AlTiN	2.0	0.5	7.0	(Al _{0.63} Ti _{0.37})N	EDX

[0102] 总厚度5 1 14

[0103] 最后,在硬质合金基底上构建了一层具有CrTaN涂层、CrTaN/AlTiN多层涂层系统和AlTiN底层的硬质材料层,结构如图5所示。该结构与上述样品ML+DS相对应。

[0104] 表5:说明性层序列,层厚度和化学组成该层的组成,从基底开始

[0105]

No.	层类型	层厚度 [μm]			化学组成	测量方法
		有意的	最小	最大		
3	CrTaN	1.0	0.1	4.0	(Cr _{0.71} Ta _{0.29})N	EDX
2	CrTaN/AlTiN	2.0	0.5	5.0		
1	AlTiN	2.0	0.5	7.0	(Al _{0.63} Ti _{0.37})N	EDX

[0106] 总厚度5 11 16

[0107] 图1显示了具有至少一个CrTaN层的不同层系统的纳米硬度H和弹性模量E的值。

[0108] 这里通过具有Berkovich金刚石压痕体的纳米压痕仪(Ultra-Micro-Indentation System-UMIS)测量纳米硬度。对于每次测量,对每个样品进行16次压痕,并测定纳米硬度和杨氏模量。

[0109] 从图1中可以立即看出,与单层SL和双层BL(各自包含CrTaN层)相比,通过使用多层涂层系统ML获得了显著的硬度增加。从具有16.0至15.5GPa的纳米硬度的SL和BL样品开始,在ML样品的情况下,纳米硬度增加至约25至30GPa。

[0110] 从图1所示的结果可以看出,与单层SL和双层BL相比,多层涂层系统ML具有更大的硬度并因此也改善了磨损性能。

[0111] 与AlTiN层相比,特别是Ref.1-PM和Ref.2-CC层也可以实现,更高的纳米硬度,同样可以从图1中看出。由单层或由这些材料组成的双层,由CrTaN和AlTiN构成的多层涂层系统因此提供硬度增加。

[0112] 此外,发现CrTaN热分解成Cr₂N和Ta₂N,例如在单层涂层的情况下和文献中描述的那样,在多层涂层系统中被很大程度地抑制。因此,所提出的多层涂层系统提供了一种特别适用于高温应用的涂层系统。在多层涂层系统的情况下,发现通过立方晶体结构的稳定化来防止热分解,使得涂覆的层也是热稳定的,由此可以实现更长的操作寿命。因此,该性能特征适合作为硬质合金可转位切割板上的磨损保护层以及固体硬质合金刀具。

[0113] 此外,在摩擦磨损试验(室温,500℃和700℃)中发现多层涂层系统ML的较低摩擦系数。

[0114] 使用来自CSM仪器的圆盘式摩擦磨损试验机,其具有由直径为6mm的Al₂O₃组成的对应体,并且在室温(RT),500℃和700℃下进行测量。载荷设定为5N,滑动距离为300m,速度为10cm/s。磨损槽的半径为5毫米。通过Veeco白光轮廓仪进行磨损槽的测量,并且产生2D横截面和3D描绘。

[0115] 上述样品的测量结果如下表6所示。可以立即看出,多层涂层系统ML的可达到的摩擦系数(μ) ≤ 0.7 ,最好甚至 ≤ 0.6 。因此,具有多层涂层系统ML的试样特别适用于摩擦系数必须较低的工具,例如在螺纹切削工具,铰刀和实心金属工具中。

[0116] 表6:测量的摩擦系数和磨损系数

[0117]

指定	层 厚 度 [μm]	摩擦系数 μ [-]			磨损 K [$\text{m}^3/(\text{Nm})$]		
		RT	500°C	700°C	RT	500°C	700°C
BL	2/2.0	0.71	0.66	0.60	1.27×10^{-15}	1.55×10^{-14}	1.65×10^{-14}
ML	1.8/3	0.67	0.57	0.56	1.67×10^{-15}	6.67×10^{-15}	1.25×10^{-14}
ML+DS	1.9/2/1.1	0.60	0.58	0.58	1.14×10^{-15}	9.70×10^{-15}	1.45×10^{-14}
SL	2.4	0.61	0.59	0.51	1.81×10^{-15}	9.32×10^{-15}	8.19×10^{-15}
Ref. 1-PM	2.8	0.85	0.96	0.86	2.28×10^{-14}	5.37×10^{-16}	4.60×10^{-15}
Ref. 2-CC	3	0.88	1.02	0.88	1.87×10^{-14}	5.79×10^{-16}	4.45×10^{-15}

[0118] 此外,层系统的残余应力状态列于下表7中。通过晶片曲率法在硅样品上以“沉积”状态确定应力。但是,根据生产层的方法,这些值可以变化。

[0119] 表7:由晶片曲率测量的层中的残余应力Si试样的方法

[0120]

指定	层	压力 [MPa]
BL	TiAlN/TaCrN	~-370
ML	TiAlN/TiAlN TaCrN	~-450
ML+DS	TiAlN/TiAlN TaCrN/TaCrN	~-450
SL	TaCrN	~-500
Ref. 1-PM	TiAlN PM靶	~-550
Ref. 2-CC	TiAlN塞靶	~-1200

[0121] 可以看出,多层涂层系统ML在涂层中也具有相对低的内应力,因此额外地积极地影响了操作的寿命和周期。

[0122] 多层涂层系统ML的说明性结构显示为图2中的断裂表面的图像,其中在硬质合金基底上提供AlTiN底层,然后在其上施加AlTiN/CrTaN多层涂层系统。

[0123] 因此,在上述多层涂层系统ML的情况下,获得了硬度的显着增加以及低摩擦系数和长的使用寿命。

[0124] 当使用多层涂层系统ML时,在切削加工测试中证实,涂层对于螺纹切削工具,铰刀和实心硬质合金刀具特别有利,即在任何摩擦系数应低且硬度高的地方同时需要。

[0125] 不同多层涂层系统的切削加工试验的测量结果如图3所示。这里,报告了在几分钟内湿磨的铣刀的切削刀片的使用寿命。详细地,使用以下测试参数进行切削加工测试:使用单个齿进行爬铣,在正在制造的块的平面中进行螺旋切削。采用SP300高速钢作为材料,工具为ISCAR F45ST D050-22,用于容纳可转位切割板,安装在SK50工具座上。每种情况下的工件尺寸为 $400 \times 200 \times 96\text{mm}$,强度为 1000N/mm^2 。铣刀的直径为50mm,以 45° 的间距前进,切削速度 v_c 为250m/min(干)和150m/min(湿),齿前进距离为0.25mm,啮合宽度 a_e 为32mm。从图3

中可以立即看出,多层涂层系统ML具有最佳的使用寿命。在湿加工的情况下,获得与参考层系统相比大约20%的更好的操作寿命。然而,在图中未示出的干加工的情况下,多层涂层系统ML并不比参考层系统的情况好得多。

[0126] 此外,还可以制造用于切削加工设备的切削工具,其具有合适的基底,优选具有规定几何形状的硬质合金基底。切削工具例如可以是用于车床和铣床的切削体的形式,或者是可转位切削板的形式。

[0127] 然后使用上述方法将具有由低层厚度的AlTiN交替的CrTaN构成的多层涂层系统的硬材料层施加到该基底上。

[0128] 此外,为了使表面结构和/或表面粗糙度与相应的应用相匹配,可以对硬材料层进行后处理。该后处理可以例如通过湿喷砂,干喷砂和/或着色进行。施加的任何涂层和/或功能层也可以进行这种后处理。

[0129] 以下将详细讨论以CrTa复合靶形式的涂层源的生产,如在上述用于通过PVD沉积CrTaN层的硬材料层的制造方法中使用的那样。

[0130] 为了制备复合靶,首先提供纯Cr和纯Ta粉作为原料。在每种情况下,粉末的粒度优选低于 $45\mu\text{m}$ 。两种粉末彼此非常均匀地混合在由粉末制备的所需CrTa复合物靶的比例中。由于细颗粒尺寸,两种粉末的混合可以制成特别均匀的,并且在随后的致密化过程中可以形成精细分散在靶中的TaCr₂相。

[0131] 如上所述,优选在用于制备CrTa复合靶的混合物中Ta含量1-60%,特别优选20-30%,非常特别优选25%的Ta含量。

[0132] 然后通过烧结操作在基本均匀的粉末混合物的压模中生产CrTa复合靶。烧结操作例如通过热压,放电等离子体烧结 (SPS) 或热等静压 (HIP) 进行。在每种情况下,粉末可以在腔室中通过加热导体或直接用电流处理和/或在压制期间感应加热。

[0133] 通过SPS或热压烧结以产生CrTa复合物靶在1100-1750°C的温度范围内进行,优选在1300-1500°C的温度范围内进行。烧结时间保持很短,优选小于1小时,以避免再结晶并获得微观结构的细粒度性质。

[0134] 通过这种方式生成的复合靶进行晶界蚀刻的金相抛光部分如图4所示。烧结过程后,微观组织由三相组成,即纯Cr或Cr混晶相1,纯Ta或Ta混晶相2和TaCr₂相3。TaCr₂相3存在于从Ta到Cr的过渡处的晶界处。为了以所提出的方式提供CrTa复合靶,必须存在所提到的所有三个相。相应的相如图5所示。

[0135] 烧结后测得的密度至少为90%的理论密度,优选为95%或98%。

[0136] 以这种方式生产的CrTa复合靶可以直接使用,或者可以为了改善处理,可以在其背面固定到背板上,例如,通过粘合,硬焊或扩散粘合,然后将靶固定在PVD设备中以沉积CrTaN。也可以将多个CrTa复合靶固定到单个背板上,例如以便考虑PVD设备中的所需几何形状。

[0137] 如果适用的话,在各个工作实施例中呈现的所有单个特征可以彼此组合和/或交换而不超出本发明的范围。

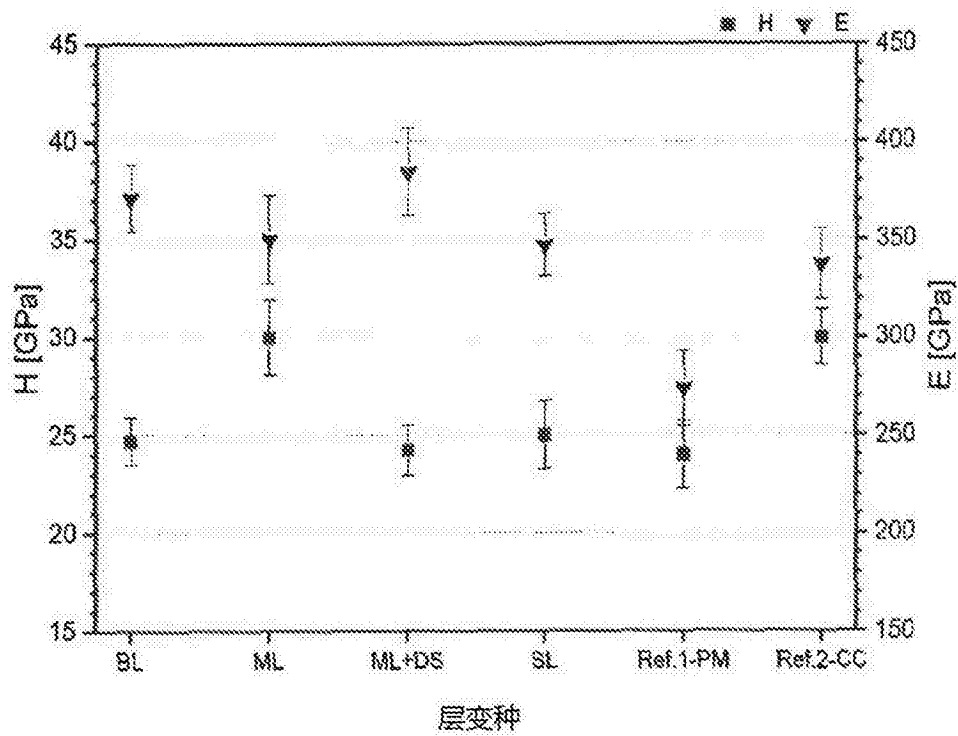


图1

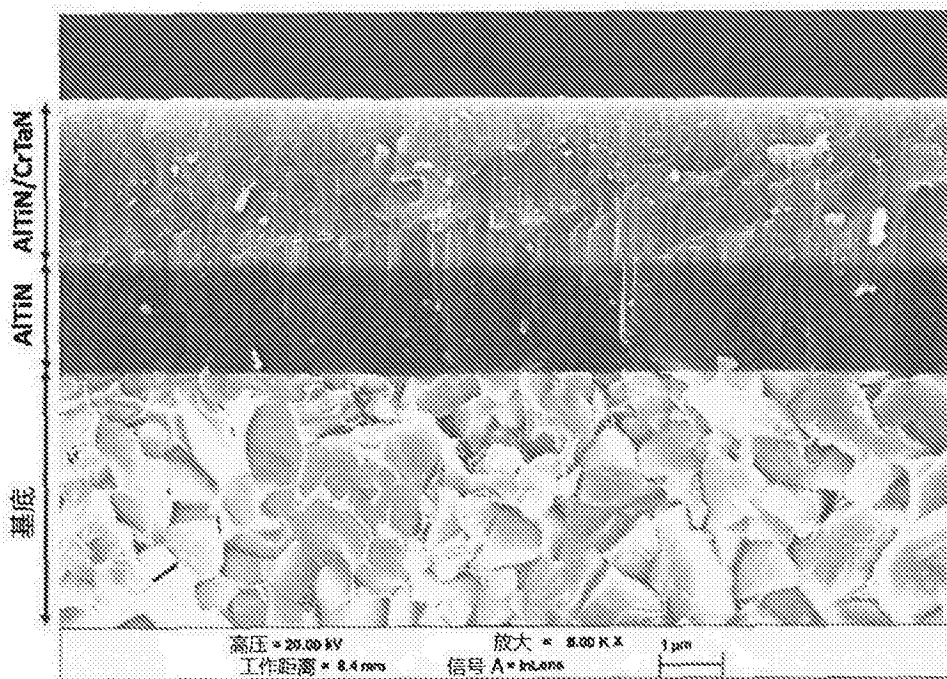


图2

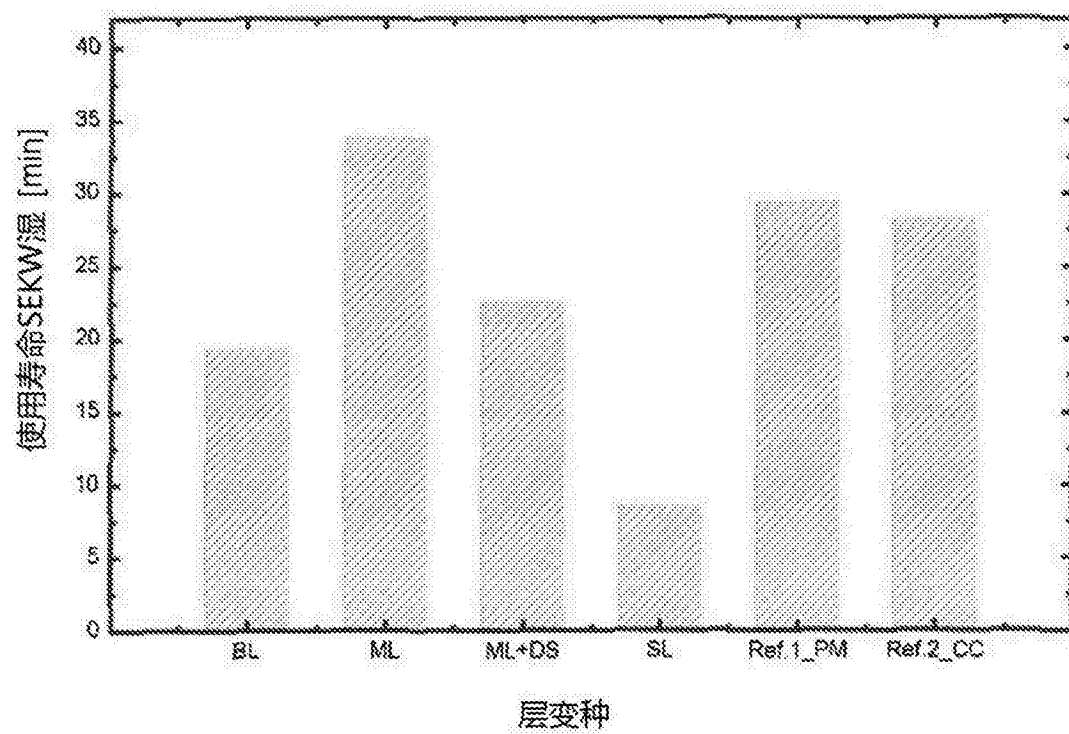


图3

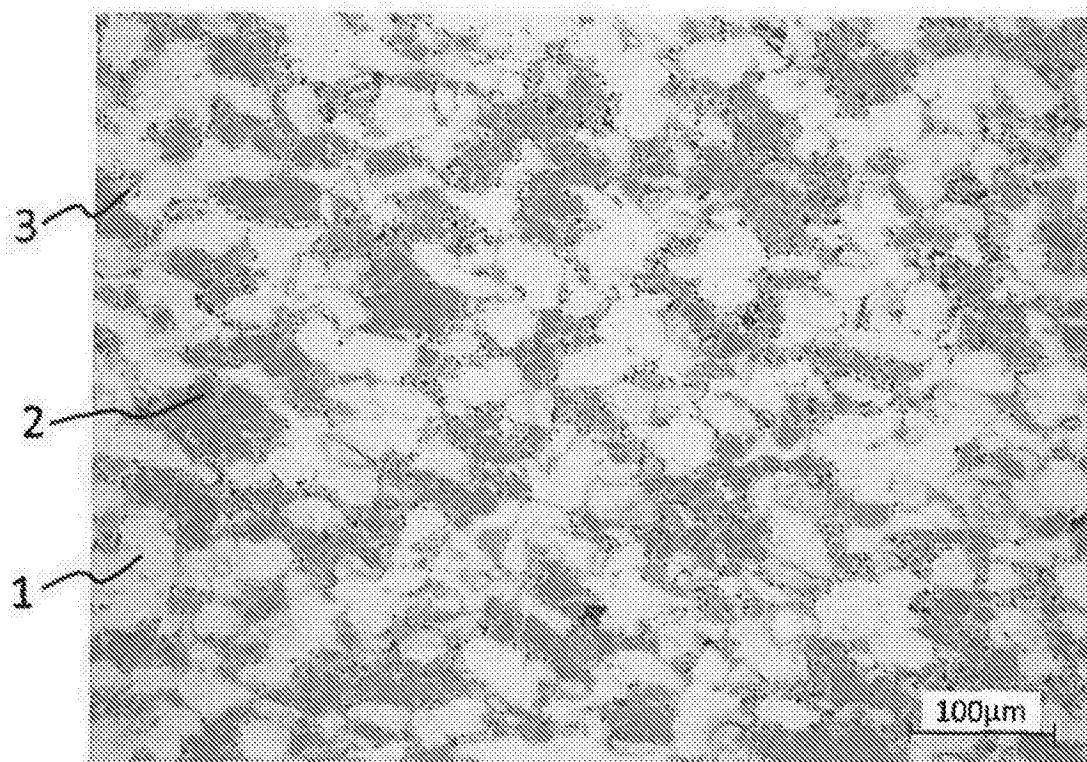
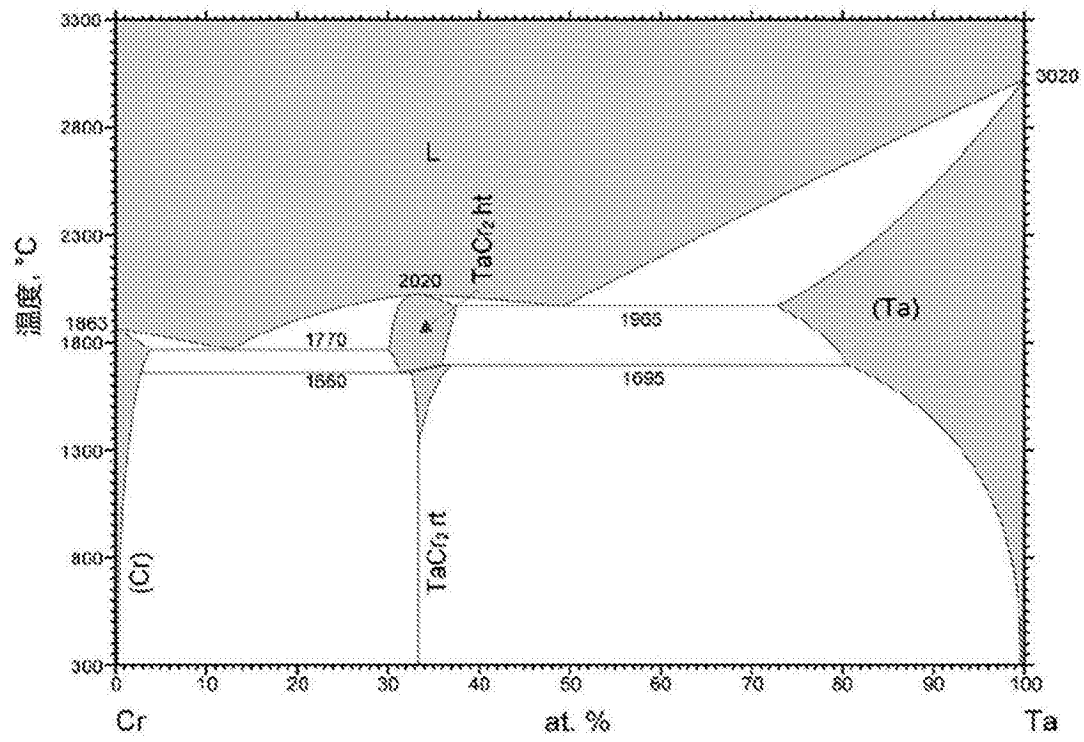


图4



© ASM International 2006. Diagram No. 981168

图5