



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101889104 B

(45) 授权公告日 2013. 11. 06

(21) 申请号 200880119604. 0

(22) 申请日 2008. 12. 04

(30) 优先权数据

GM732/2007 2007. 12. 06 AT

(85) PCT申请进入国家阶段日

2010. 06. 07

(86) PCT申请的申请数据

PCT/AT2008/000430 2008. 12. 04

(87) PCT申请的公布数据

WO2009/070820 DE 2009. 06. 11

(73) 专利权人 森拉天时奥地利有限公司

地址 奥地利洛特市

(72) 发明人 沃尔夫冈·瓦尔格莱姆

乌韦·施莱因科弗 卡尔·吉格

约瑟夫·图尔纳

(74) 专利代理机构 北京天昊联合知识产权代理

有限公司 11112

代理人 丁业平 戚秋鹏

(51) Int. Cl.

C23C 16/38 (2006. 01)

(56) 对比文件

US 2006/0051618 A1, 2006. 03. 09, 第

[0032] 段.

DD 144930 A1, 1980. 11. 12, 实施例 1.

JP 昭 58-209554 A, 1983. 12. 06, 说明书第

2-3 页, 权利要求 1.

PIERSON H O ET AL. The chemical vapor deposition of TiB₂ from diborane. <<THIN SOLID FILMS ELSEVIER-SEQUOIA S. A. LAUSANNE, CH>>. 1980, 第 72 卷 (第 3 期), 511-516.

PIERSON H O ET AL. The chemical vapor deposition of TiB₂ from diborane. <<THIN SOLID FILMS ELSEVIER-SEQUOIA S. A. LAUSANNE, CH>>. 1980, 第 72 卷 (第 3 期), 511-516.

CAPUTO A J ET AL. CHEMICAL VAPOR DEPOSITION OF EROSION-RESISTANT TiB₂ COATINGS. <<ELECTROCHEMICAL SOCIETY EXTENDED ABSTRACTS>>. 1984, 第 84-1 卷 2274-2280.

SEIJI MOTOJIMA ET AL. CHEMICAL VAPOUR DEPOSITION OF TiB₂ PROTECTIVE LAYERS ON A BRASS PLATE. <<JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE SPRINGER/BUSINESS MEDIA, DORDRECHE, NL>>. 1988, 第 23 卷 (第 12+ INDEX 期), 4375-4378.

审查员 刘琼

权利要求书2页 说明书6页 附图9页

(54) 发明名称

经涂覆的物体

(57) 摘要

本发明涉及一种经涂覆的物体、尤其涉及一种用于切削机的工具, 其具有至少一个通过热 CVD 法而沉积的、厚度为至少 0.1 μm 的二硼化钛层。根据本发明, 该二硼化钛层具有极为精细的晶粒微结构, 其平均晶粒尺寸为不大于 50nm。

1. 一种经涂覆的切削工具,其由基材和具有一个或多个层的硬质材料覆层构成,所述硬质材料覆层包括至少一个通过热化学气相沉积法进行沉积、且厚度为至少 $0.1\mu\text{m}$ 的二硼化钛层,

其特征在于:

所述二硼化钛层具有精细的晶粒结构,并且该二硼化钛层的平均晶粒尺寸为至多 50nm ,并且,在所述基材和所述硬质材料覆层之间的边缘区域内不存在含硼的扩散区。

2. 根据权利要求 1 所述的经涂覆的切削工具,其特征在于:所述二硼化钛层的层厚度为 $0.1\mu\text{m}$ 至 $15\mu\text{m}$ 。

3. 根据权利要求 2 所述的经涂覆的切削工具,其特征在于:所述二硼化钛层的层厚度为 $1\mu\text{m}$ 至 $10\mu\text{m}$ 。

4. 根据权利要求 1 至 3 中任意一项所述的经涂覆的切削工具,其特征在于:所述基材为硬质金属。

5. 根据权利要求 1 至 3 中任意一项所述的经涂覆的切削工具,其特征在于:所述工具为一次性切削刀头。

6. 根据权利要求 1 至 3 中任意一项所述的经涂覆的切削工具,其特征在于:所述硬质材料覆层具有多个层,并且所述二硼化钛层与一个或多个其他硬质材料层交替设置。

7. 根据权利要求 6 所述的经涂覆的切削工具,其特征在于:所述硬质材料覆层的层结构为:从所述基材表面开始,包括选自氮化钛、碳氮化钛、碳硼氮化钛的一个或多个层、然后为 $1\mu\text{m}$ 至 $5\mu\text{m}$ 厚的二硼化钛层,其中所述选自氮化钛、碳氮化钛、碳硼氮化钛的一个或多个层的总厚度为 $0.1\mu\text{m}$ 至 $3\mu\text{m}$ 。

8. 根据权利要求 7 所述的经涂覆的切削工具,其特征在于:在所述二硼化钛层上进一步施加有由选自氮化钛、碳氮化钛、碳硼氮化钛的一个或多个层构成的覆盖层,其中覆盖层的总层厚为 $0.1\mu\text{m}$ 至 $3\mu\text{m}$ 。

9. 根据权利要求 1 至 3、7 至 8 中的任意一项所述的经涂覆的切削工具,其特征在于:利用选自铝、铜、锌、钛、镍、锡中的一种或多种金属、或这些金属基合金对所述硬质材料覆层表面进行喷砂处理。

10. 根据权利要求 1 至 3、7 至 8 中的任意一项所述的经涂覆的切削工具在不含铁的材料加工中的用途。

11. 根据权利要求 10 所述的用途,其中,所述不含铁的材料为钛、铝及其合金。

12. 一种制备根据权利要求 1 至 9 中的任意一项所述的经涂覆的切削工具的方法,其中在 700°C 至 950°C 下通过热化学气相沉积法制备所述覆层,其特征在于:使用由 2.5 体积% 至 50 体积% 的氢气、0.1 体积% 至 10 体积% 的 TiCl_4 、0.2 体积% 至 20 体积% 的 BCl_3 、以及余量的惰性气体构成的气体混合物来制备所述二硼化钛层。

13. 根据权利要求 12 所述的方法,其中,所述惰性气体为氩气。

14. 根据权利要求 12 所述的方法,其特征在于:使用由 5 体积% 至 20 体积% 的氢气、0.2 体积% 至 1 体积% 的 TiCl_4 、0.4 体积% 至 2 体积% 的 BCl_3 、以及余量的惰性气体构成的气体混合物来制备所述二硼化钛层,并且在常压下进行涂覆。

15. 根据权利要求 14 所述的方法,其中,所述惰性气体为氩气。

16. 根据权利要求 12 至 15 中的任意一项所述的方法,其特征在于:首先向反应空间内

引入不含 BCl_3 组分的气体混合物,随后在 0.5 分钟至 5 分钟后加入 BCl_3 组分。

经涂覆的物体

[0001] 本发明涉及一种经涂覆的物体,该经涂覆的物体由基材、以及具有一个或多个层的硬质材料覆层构成,所述硬质材料覆层包括至少一个通过热 CVD 法而沉积的、厚度为至少 $0.1\ \mu\text{m}$ 的二硼化钛层。

[0002] 对于具有一个或多个层、且包括至少一个二硼化钛层的硬质覆层,已知可通过多种涂覆方法来进行沉积,例如 PVD(物理气相沉积)、CVD(化学气相沉积)或等离子体增强 CVD 法(P-CVD、ICP-PVD)。

[0003] 当提到 CVD 法时,通常是指热 CVD 法,在热 CVD 法中,在温度范围为从高于 700°C 至 750°C 的室中,在常压或负压下,借助于由反应组分构成的气体混合物(该气体混合物在涂覆温度下发生分解)将相应的硬质材料覆层沉积在基材上。

[0004] 在等离子体增强 CVD 法中,气体组合物中的反应组分会由于施加至反应空间中的等离子体并在温度的作用下而发生分解。等离子体可由(例如)射频(P-CVD)或由感应(ICP-CVD = 电感耦合等离子体 CVD)产生。与热 CVD 法相比,在等离子体增强 CVD 法中可使温度大大降低(温度范围为约 400°C 至 600°C),因而也可对那些结构会被过多的热量改变的基材实施涂覆。等离子体增强 CVD 法需要在工艺技术和装置上花费大量费用,因而实际生产中,尚未在获得经济上可行的大量生产的耐磨性部件(例如,用于机械加工的一次性切削刀头)的覆层方面得到广泛接受。

[0005] 在 PVD 法中,通过对合适的涂覆源进行物理烧蚀并引入反应性气体组分,从而在 300°C 至 500°C 间在待涂覆的基材上涂覆所需硬质材料。

[0006] 其上制有硬质材料覆层(该硬质材料覆层通过热 CVD 法制成,并具有二硼化钛层)的耐磨性物体具有含有硼的扩散区,该扩散区位于基材和二硼化钛层之间,或者在许多情况中该扩散区位于二硼化钛层和另一个位于下面的硬质材料层之间。扩散区会导致该区域的脆化,这可能与二硼化钛层的粘结强度较差有关,因此会导致经涂覆的物体的耐磨性降低。因此,即便通常 PVD 法的生产成本要高于 CVD 法,但是对于耐磨性部件、尤其是具有二硼化钛层的切削刀头而言,在大多数情况下仍旧会通过 PVD 法进行涂覆。

[0007] 通过 PVD 法沉积的二硼化钛层具有纹理化的层状结构,该层状结构具有柱状构型。这些层的硬度为约 $3000\ (\text{HV } 0.03)$,就其耐磨性而言,这种耐磨性对于极难加工的材料(诸如钛)的加工来说并不是完全足够的。

[0008] 德国专利文献 DE 25 25 185 描述了由硬金属基的主体以及硬质材料覆层构成的耐磨性成型部件,该硬质材料覆层由相互层叠的两个亚层构成,这两个亚层中的外层由氧化铝和/或氧化锆构成,位于内部的亚层由一种或多种硼化物、尤其是元素钛、锆、钪、铌、钽、铬、钼、和钨的二硼化物构成。

[0009] 在一个示例性实施方案中,在第一阶段,提供厚度为 $3\ \mu\text{m}$ 的二硼化钛层给硬质金属体。该二硼化钛层通过在 1000°C 、50 托的压力下,使用由 1900 升氢气、20 毫升 TiCl_4 以及 4 克 BCl_3 构成的气体混合物进行沉积 1 小时而得到。

[0010] 随后在第二反应阶段中,用厚度为 $5\ \mu\text{m}$ 的氧化铝层覆盖涂覆有 TiB_2 的硬质金属体。

[0011] 这种硬质金属体的不利之处在于：为进行二硼化钛层的沉积而选择的涂覆条件会使得硼扩散至硬质金属内。同时，会形成强 η -相和 / 或含有硼的脆性相，这会大大降低硬质金属体的使用寿命。二硼化钛层还具有晶粒尺寸在微米范围内的粒状至柱状构型。

[0012] 欧洲专利文献 EP 0 015 451 描述了一种具有多层硬质材料覆层的经涂覆的硬质金属物体，该多层硬质材料覆层的外层为厚度为 $5\ \mu\text{m}$ 至 $20\ \mu\text{m}$ 的硼化物，该硼化物选自硼化钛、硼化钪、硼化锆和硼化钽。

[0013] 在制备例中，描述了这样一种制备方法：通过在约 800°C 、 10^5Pa 的压力下，使用由 3.3 体积%的 BCl_3 、2 体积%的 BCl_4 以及余量的氢气构成的气体混合物进行沉积 90 分钟，从而得到厚度为约 $10\ \mu\text{m}$ 的二硼化钛层。

[0014] 在根据该方法进行涂覆的经涂覆的硬质金属物体上，二硼化钛层还具有晶粒尺寸在微米范围内的粒状至柱状构型。

[0015] 欧洲专利文献 EP 1 245 693 描述了一种由基材和硬质材料覆层构成的切削刀头，该硬质材料覆层包括至少一个二硼化钛层。

[0016] 根据该文献的制备例，通过 PVD 法来制备二硼化钛层。二硼化钛层具有纤维状微结构，其中圆柱状晶粒的直径为 5nm 至 50nm ，长度超过 260nm 。这些圆柱状晶粒以基本上与基材表面垂直的方式排列。

[0017] 本发明的目的是提供一种涂覆有硬质材料覆层的物体，其硬质材料覆层包括二硼化钛层，这种硬质材料覆层能够经济地生产，并且与具有二硼化钛层的已知硬质材料覆层相比，这种硬质材料覆层的耐磨性更好。

[0018] 根据本发明，该目的通过具有极细晶粒结构的二硼化钛层而达成，其中二硼化钛层的平均晶粒尺寸为至多 50nm 。

[0019] 根据本发明，惊讶地发现：在包括具有二硼化钛层的硬质材料覆层的耐磨性物体上，当二硼化钛层具有本发明的结构时，可提高耐磨性。

[0020] 本发明的二硼化钛层的硬度高于 $4300\ (\text{HV}\ 0.03)$ ，这大幅提高了耐磨性。由于极精细的粒度，因此表面更为光滑，因而尤其在对难加工材料（如钛合金）进行加工时，不会发生与被除去的金属屑间的粘附，从而显著提高了加工稳定性。

[0021] 重要的一点是，在这种情况下二硼化钛层的平均晶粒尺寸不能超过 50nm ，否则这些有利的效果会再次丧失。

[0022] 另外对于二硼化钛层，还有利的是，其以基本上一种相的形式存在。这里，“基本上”是指，通过常规的相检测方法不能够检测到其他相成分的存在。

[0023] 可将本发明的硬质材料构造为单层的二硼化钛层，也可将其构造为具有一个或多个二硼化钛层的多层硬质材料覆层，其中所述一个或多个二硼化钛层与其他常规硬质材料层（氮化钛、碳化钛、碳氮化钛、碳硼氮化钛、氧化铝等）相互交替设置。

[0024] 具体而言，除了硬质金属和金属陶瓷外，钢和陶瓷也适合用作基材。

[0025] 尤其有利的是，二硼化钛层的层厚为 $0.1\ \mu\text{m}$ 至 $15\ \mu\text{m}$ ，尤其为 $1\ \mu\text{m}$ 至 $10\ \mu\text{m}$ 。层厚度不足 $0.1\ \mu\text{m}$ 不会使基材的耐磨性得到显著的提高，而层厚度超过 $15\ \mu\text{m}$ ，则就尤其是用于金属加工的刚性而言，会过脆。

[0026] 具体而言，经发现硬质金属适合用作基材，并且经涂覆的物体适合用作刀具、尤其适合用作一次性的切削刀头。

[0027] 如果将经涂覆的物体构造为切削工具,则尤其有利的是将硬质材料覆层构造为多层结构,并将二硼化钛层与一个或多个常规硬质材料层交替设置。

[0028] 一种尤其有利的切削工具具有这样的硬质材料覆层的层结构:从基材表面开始,其硬质材料覆层由选自氮化钛、碳氮化钛、碳硼氮化钛的一个或多个层、然后为 $1\mu\text{m}$ 至 $5\mu\text{m}$ 厚的二硼化钛层构成,其中所述选自氮化钛、碳氮化钛、碳硼氮化钛的一个或多个层的总厚度为 $0.1\mu\text{m}$ 至 $3\mu\text{m}$ 。

[0029] 另一种尤其有利的切削工具具有上述硬质材料覆层的层结构,其中进一步将由选自氮化钛、碳氮化钛、碳硼氮化钛的一个或多个层构成的覆盖层施加至二硼化钛层上,其中所述覆盖层的总层厚为 $0.1\mu\text{m}$ 至 $3\mu\text{m}$ 。

[0030] 另外还有利的是,利用选自铝、铜、锌、钛、镍、锡中的一种或多种金属或这些金属的合金对硬质材料覆层进行喷砂处理。

[0031] 这样可进一步改善表面的滑动性,从而使被除去的金属屑的粘附性得以进一步降低。

[0032] 尤其有利的是,可将设置有本发明硬质材料覆层的切削工具用于对不含铁的材料进行机械加工,所述不含铁的材料为(例如)钛、铝及其合金。在加工这些材料时,由于二硼化钛层具有精细的晶粒结构,使得本发明的硬质材料覆层的光滑度尤其有利于对这些材料进行机械加工。

[0033] 在制备本发明硬质材料覆层的热 CVD 法中,在 700°C 至 900°C 下,使用由 2.5 体积%至 50 体积%的氢气、0.1 体积%至 10 体积%的 TiCl_4 、0.2 体积%至 20 体积%的 BCl_3 、以及余量的惰性气体(优选为氩气)构成的气体混合物来制备二硼化钛层。

[0034] 可通过该方法获得这样硬质材料覆层,其与现有技术相比,具有更为精细的晶粒结构。

[0035] 如果气体组成超出了反应组分的限量,则会导致形成具有粗糙晶粒的不规则层状结构体。当低于反应组分的极限时,则会在待涂覆的基材的边缘区域中形成不期望的相。

[0036] 在本发明方法的一个尤其有利的实施方案中,使用了这样一种气体组合物来制备二硼化钛层,该组合物由 5 体积%至 20 体积%的氢气、0.2 体积%至 1 体积% TiCl_4 、0.4 体积%至 2 体积%的 BCl_3 、以及余量的惰性气体(优选为氩气),并且在常压下进行涂覆。

[0037] 在制备本发明硬质材料覆层的另一有利的实施方案中,首先向反应空间内引入不含 BCl_3 组分的气体混合物,然后在 0.5 分钟至 5 分钟后加入 BCl_3 组分。通过这种方式,可以避免发生硼向下层材料内的极为微弱的扩散。

[0038] 下面将参照附图以及制备例对本发明进行详细阐述。

[0039] 图 1 示出了在进行放大倍数为约 1500 倍的光学显微检测中,按照根据本发明的例 1 进行涂覆的一次性切削刀头的显微图。

[0040] 图 2 示出了在进行放大倍数为约 6000 倍的扫描电子显微检测中,根据图 1 所示的一次性切削工具的结构断口图。

[0041] 图 3 示出了在进行放大倍数为约 6000 倍的扫描电子显微检测中,根据图 1 所示的一次性切削工具的表面图像。

[0042] 图 4 示出了在进行放大倍数为约 200,000 倍的透射电子显微(TEM)检测中,根据

图 1 所示的一次性切削工具的覆层的结构图像。

[0043] 图 5 示出了根据图 1 所示的一次性切削工具的覆层的电子衍射图像。

[0044] 图 6 示出了在进行放大倍数为约 1500 倍的光学显微检测中,按照根据现有技术的实施例 2 进行涂覆的一次性切削刀头的显微图。

[0045] 图 7 示出了按照实施例 1 进行涂覆的一次性切削刀头与按照实施例 2 进行涂覆的一次性切削刀头间的比较性研磨测试的磨损图表。

[0046] 图 8 示出了在进行放大倍数为约 6000 倍的扫描电子显微检测中,按照根据现有技术的实施例 3、通过 PVD 法进行涂覆的一次性切削工具的结构断口图。

[0047] 图 9 示出了按照实施例 1 进行涂覆的一次性切削刀头与按照实施例 3 进行涂覆的一次性切削刀头间的比较性研磨测试的磨损图表。

[0048] 图 10 示出了在进行放大倍数为约 6000 倍的扫描电子显微检测中,按照根据本发明的实施例 4 进行涂覆的一次性切削刀头的结构的断口图。

[0049] 图 11 示出了在进行放大倍数为约 6000 倍的扫描电子显微检测中,按照根据现有技术的实施例 6 进行涂覆的一次性切削刀头的结构的断口图。

[0050] 图 12 示出了在进行放大倍数为约 6000 倍的扫描电子显微检测中,图 11 所示的一次性切削刀头的表面图像。

[0051] 图 13 示出了在进行放大倍数为约 1500 倍的光学显微检测中,按照根据本发明的实施例 7 进行涂覆的一次性切削刀头的显微图。

[0052] 图 14 示出了在进行放大倍数为约 1500 倍的光学显微检测中,按照根据现有技术的实施例 8 进行涂覆的一次性切削刀头的显微图。

[0053] 图 15 示出了在进行放大倍数为约 6000 倍的扫描电子显微检测中,图 14 所示的一次性切削刀头的结构的断口图。

[0054] 图 16 示出了在进行放大倍数为约 6000 倍的扫描电子显微检测中,图 14 所示的一次性切削刀头结构体的表面图像。

[0055] 图 17 示出了按照实施例 7 进行涂覆的一次性切削刀头与按照实施例 8 进行涂覆的一次性切削刀头间的比较性研磨测试的磨损图表。

[0056] 实施例 1

[0057] 在直径为 200mm、高为 280mm 的石墨基座上,根据本发明方法对由硬质金属制成的一次性切削刀头进行涂覆,其中所述涂覆通过以下方式进行:在常压以及 800℃下,利用由 10 体积%的氢气、0.4 体积%的 $TiCl_4$ 、0.7 体积%的 BCl_3 、以及 88.9 体积%的氩气构成的气体组合物,通过热 CVD 法进行涂覆 1 小时。从而在一次性切削刀头上形成了厚度为约 2.5 μm 的极均匀的二硼化钛层。

[0058] 图 1 清晰地示出了在与二硼化钛层相邻的硬质金属基材的边缘区域内,完全不存在 η 相或含硼的扩散区。

[0059] 从图 2 中可清楚地看出表面的精细的粒度,其晶粒尺寸已无法辨识。

[0060] 图 3 同样示出了表面精细的粒度,其粒度非常精细,以至于无法从图中看出其确切的晶粒尺寸。

[0061] 为了更为准确地测定晶粒尺寸,通过 TEM(电子透射显微镜)对根据本发明进行涂覆的一次性切削刀头进行检测。

[0062] 可从图 4 中看出具有极为精细的粒度的晶体结构,其平均晶粒尺寸为 10nm 至 30nm。

[0063] 可从图 5 中看出样品的电子衍射图,其同样示出了晶体结构的均匀性。

[0064] 实施例 2

[0065] 为了进行对比,使用现有技术 DE 25 25 185 的热 CVD 涂覆法,对与按照实施例 1 进行涂覆的一次性切削刀头相同的刀头进行涂覆。在与实施例 1 相同的石墨基座上进行涂覆,其中在常压以及 1000℃下,利用由 99.74 体积%的氢气、0.22 体积%的 $TiCl_4$ 、0.04 体积%的 BCl_3 构成的气体组合物进行涂覆 2 小时。形成了极不均匀的二硼化钛层,其平均层厚度与实施例 1 中根据本发明制得的层的层厚度相当。

[0066] 图 6 清晰第示出了该层的不均匀性及其多相性。该硬质金属基材的边缘区域还具有凸起的 η 相。

[0067] 在研磨测试中,将按照实施例 1 进行涂覆的一次性切削刀头与按照实施例 2 进行涂覆的一次性切削刀头进行对比。

[0068] 图 7 示出了在如下切削条件下对 TiAl6V4 钛合金进行切削时的一次性切削刀头的使用寿命,其中切削条件为: $v_c = 50m/min$, $f_z = 0.12mm$, $a_p = 5mm$, $a_e = 49.9mm$, 同时进行冷却。

[0069] 对于按照实施例 2 进行涂覆的根据现有技术的一次性切削刀头,在研磨时间达 27 分钟时,其临界磨损值 $V_B[max]$ 便已达到 0.3mm;而对于根据本发明按照实施例 1 进行涂覆的一次性切削工具,直到研磨时间达 30 分钟以后其磨损值才达到 0.2mm,即:根据现有技术的一次性切削刀头的磨损量比根据本发明进行涂覆的一次性切削刀头的磨损量高出 30%。

[0070] 实施例 3

[0071] 为了进行对比,使用现有技术的 PVD 法,在与按照实施例 1 进行涂覆的一次性切削刀头相同的刀头上涂覆厚度为约 $2.5\mu m$ 的二硼化钛层,该二硼化钛层的厚度与实施例 1 中制得的层的层厚度相当。图 8 示出了该二硼化钛层的柱状结构。

[0072] 在与上述实施例 1 和实施例 2 的对比性测试相同的条件下进行研磨测试,根据图 9 将根据本发明实施例 1 进行涂覆的一次性切削刀头与根据本发明实施例 3 进行涂覆的一次性切削刀头进行对比。就 0.3mm 的临界自由表面磨损宽度 $V_B[max]$ 而言,按照实施例 3 进行涂覆的现有技术的一次性切削刀头的使用寿命为 6.4 分钟,而按照实施例 1 进行涂覆的一次性切削工具的使用寿命为 32.3 分钟,这相当于耐磨性提高了 5 倍。

[0073] 实施例 4

[0074] 在与实施例 1 相同的涂覆装置中,在第一步骤中,在与实施例 1 中相同的一次性切削刀头上通过热 CVD 法涂覆厚度为约 $1\mu m$ 的氮化钛层。随后在与实施例 1 相同的条件下涂覆厚度为 $3\mu m$ 的本发明的二硼化钛层,不同之处在于:在该实施例中,涂覆时间为 75 分钟。图 10 示出了氮化钛层以及位于其上的具有极精细晶粒的二硼化钛层的已知柱状结构。

[0075] 实施例 5

[0076] 如实施例 4 那样,在与实施例 1 相同的涂覆装置中,在第一步骤中,在与实施例 1 中相同的一次性切削刀头上通过热 CVD 法涂覆厚度为约 $1\mu m$ 的氮化钛层。随后在与实施例 1 相同的条件下涂覆厚度为 $2.6\mu m$ 的本发明的二硼化钛层,不同之处在于:在该实施例中,涂覆时间为 65 分钟。随后在该二硼化钛层上涂覆另一层厚度为约 $1\mu m$ 的氮化钛层。然

后在经过这样涂覆的一次性切削刀头上,使用铜合金并通过喷砂处理涂覆厚度为约 $0.2\ \mu\text{m}$ 的相应的覆盖层。

[0077] 在与上述实施例 1 和实施例 2 的对比性测试相同的条件下,对按照实施例 4 和实施例 5 进行涂覆的一次性切削刀头的使用寿命进行测定。就 0.3mm 的临界自由表面磨损宽度 $V_B[\text{max}]$ 而言,根据本发明按照实施例 4 进行涂覆的一次性切削刀头的使用寿命为 30.3 分钟,而根据本发明按照实施例 5 进行涂覆的一次性切削工具的使用寿命达到 37.8 分钟。

[0078] 实施例 6

[0079] 为了进行对比,在与实施例 1 相同的装置中,使用现有技术 EP0 015 451 的热 CVD 法,在与按照实施例 1 进行涂覆的一次性切削刀头相同的刀头上涂覆厚度为约 $3\ \mu\text{m}$ 的二硼化钛层。为此,使用了组成为 94.7 体积%的氢气、3.3 体积%的 BCl_3 、2 体积%的 TiCl_4 的气体混合物。涂覆时间为 45 分钟,温度为 800°C 。

[0080] 图 11、尤其是图 12 清楚地示出了该二硼化钛层的粗糙晶粒结构,其晶粒尺寸为约 $0.5\ \mu\text{m}$ 至 $1\ \mu\text{m}$ 。

[0081] 实施例 7

[0082] 在常压及 800°C 下,根据本发明,使用与实施例 1 相同的气体组合物,通过热 CVD 法对与实施例 1 中相同的一次性切削刀头进行涂覆。在该一次性切削刀头上形成了厚度为约 $1.2\ \mu\text{m}$ 的极为均匀的二硼化钛层。图 13 示出了该覆层的均匀性。可看出,该硬质金属基材的边缘区域完全不存在 η 相,并且不存在含硼的扩散区。

[0083] 实施例 8

[0084] 为了进行对比,在与实施例 1 相同的装置中,使用现有技术 DE25 25 185 的热 CVD 法,对与按照实施例 1 进行涂覆的一次性切削刀头相同的刀头进行涂覆。使用与实施例 1 中相同的石墨基座,并且使用与实施例 2 中相同的气体组成以及相同的涂覆条件,不同之处在于涂覆时间仅为 1 小时。这样便形成了极不均匀的二硼化钛层,其最大层厚度为 $1.4\ \mu\text{m}$ 。

[0085] 图 14 和图 15 示出了该层的不均匀性。

[0086] 可从图 14 中看出硬质金属基材的边缘区域中存在明显凸出的 η 区域。

[0087] 图 16 示出了表面的粗糙晶粒结构,晶粒尺寸为 $0.5\ \mu\text{m}$ 至 $1\ \mu\text{m}$ 。

[0088] 在与上述研磨测试相同的条件下对按照实施例 7 和实施例 8 的进行涂覆的一次性切削刀头的使用寿命进行测定。

[0089] 从图 17 中可看出,在按照实施例 7 进行涂覆的一次性切削刀头上,当研磨长度为 400mm 时的自由表面磨损宽度 V_B 为 0.1mm ,而在根据现有技术按照实施例 8 进行涂覆的一次性切削刀头上,其自由表面磨损宽度 V_B 为 0.2mm ,这表明该一次性切削刀头磨损速度是按照实施例 7 进行涂覆的一次性切削刀头的两倍。

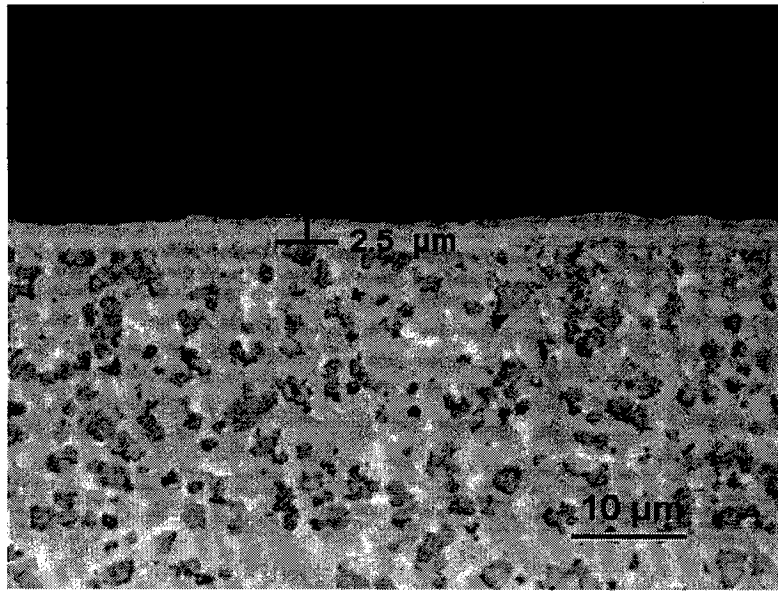


图 1



图 2



图 3

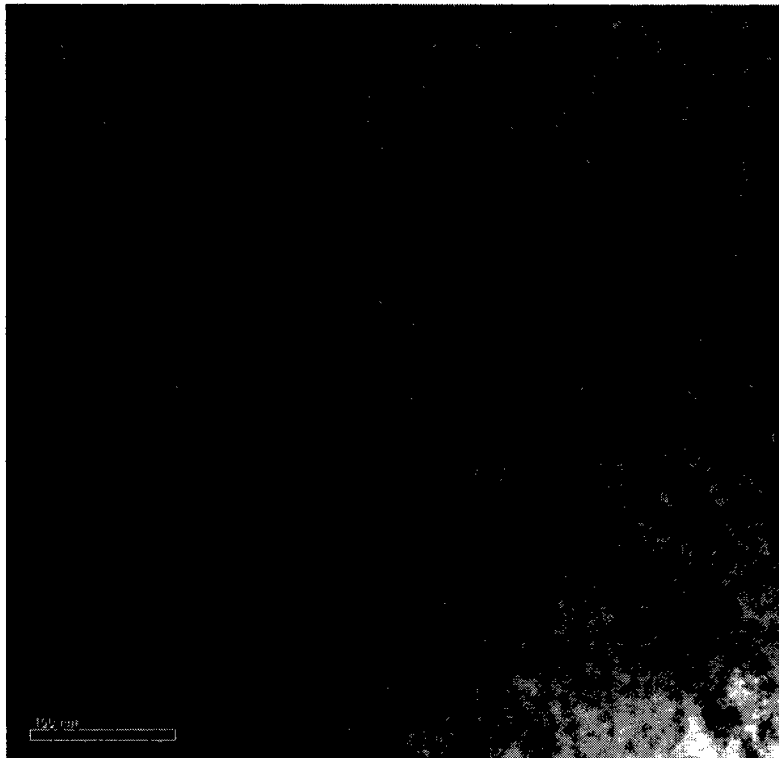


图 4



图 5

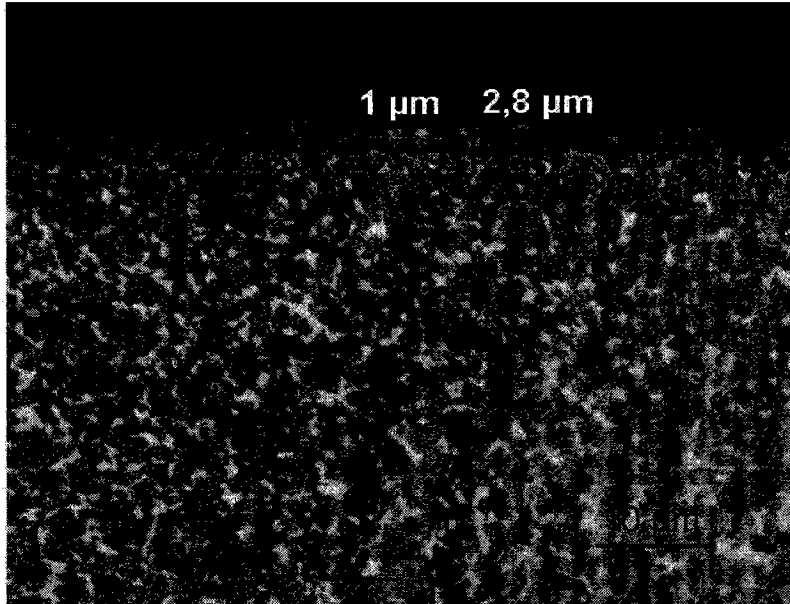


图 6

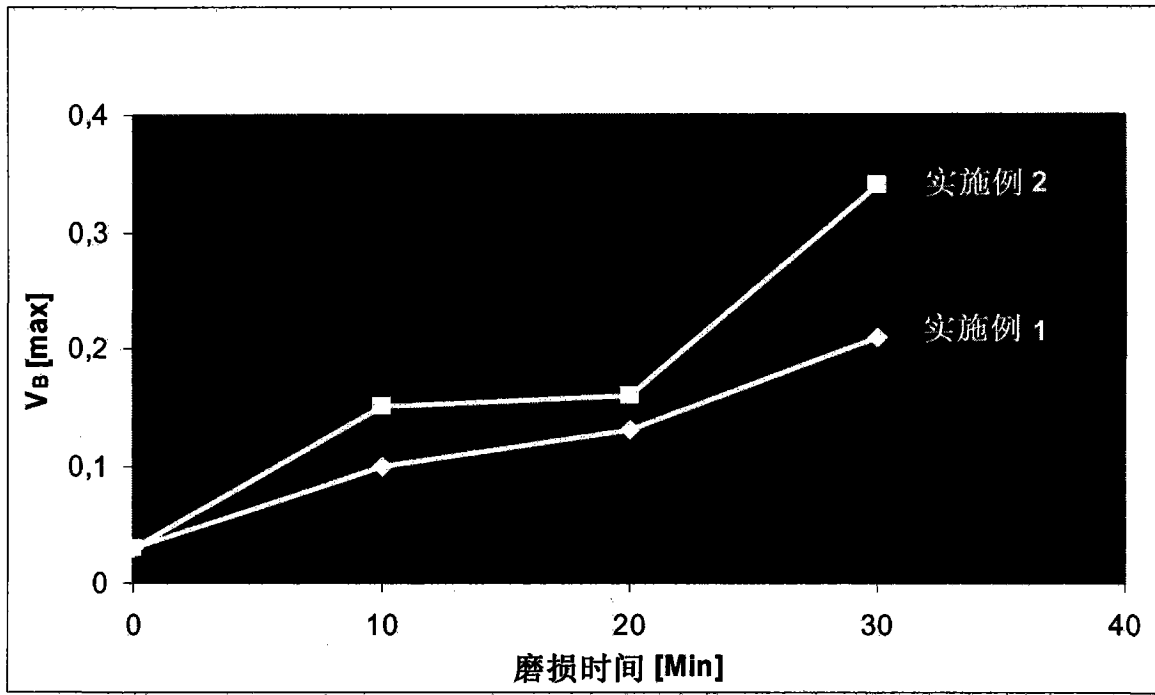


图 7

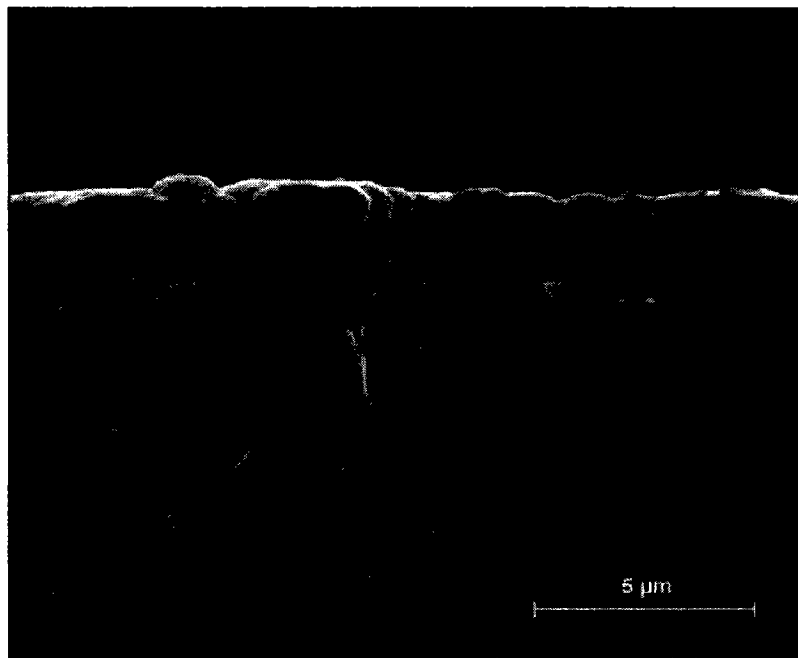


图 8

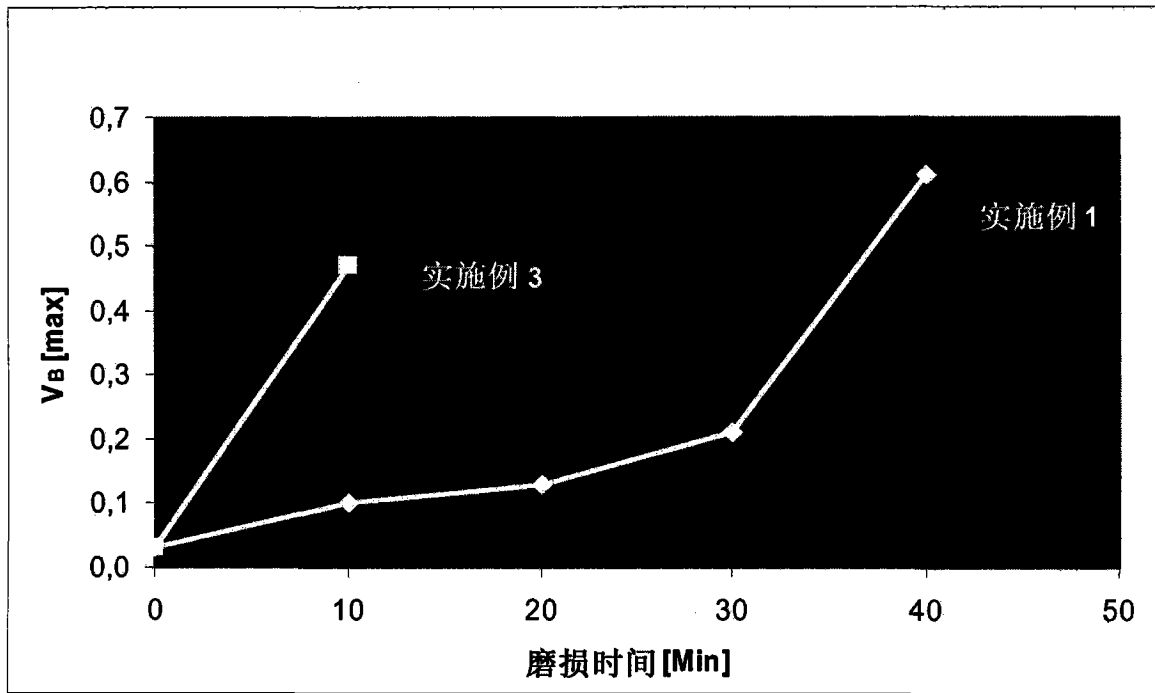


图 9



图 10

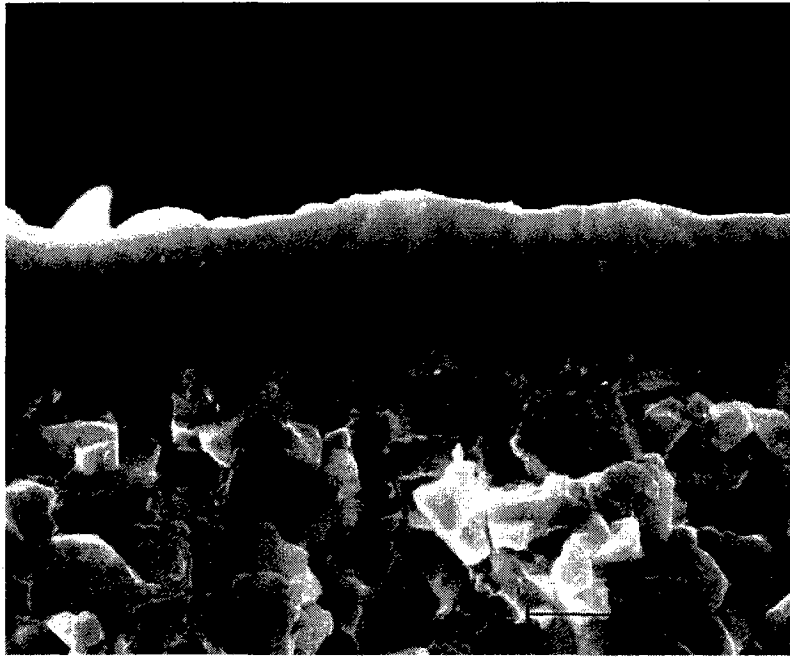


图 11

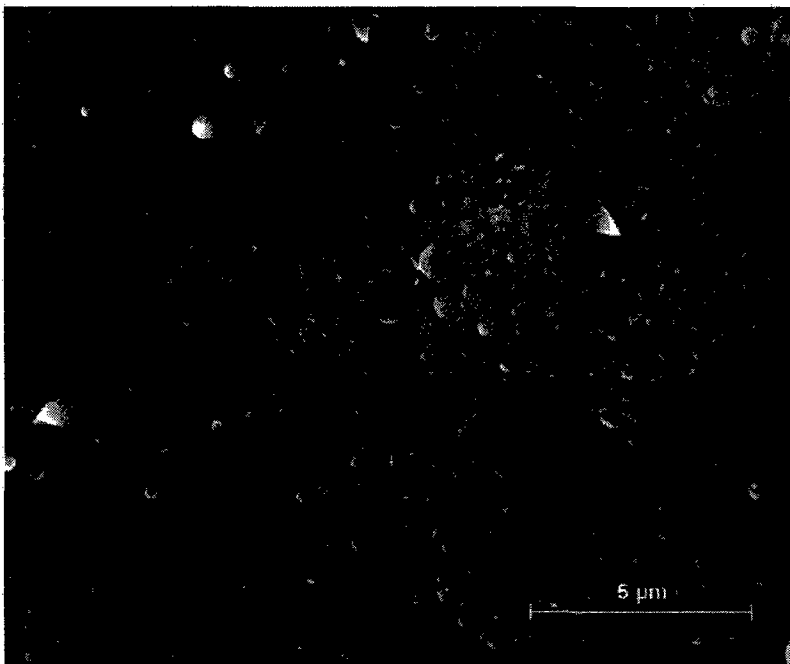


图 12

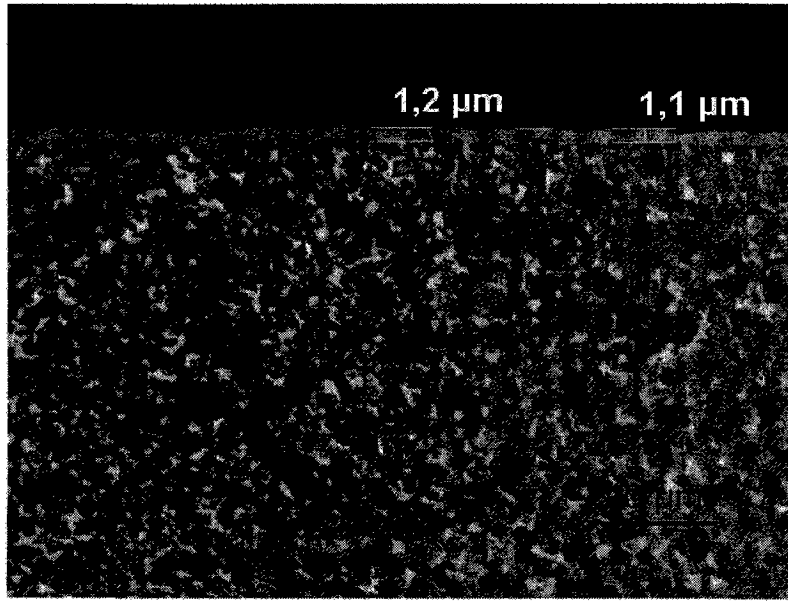


图 13

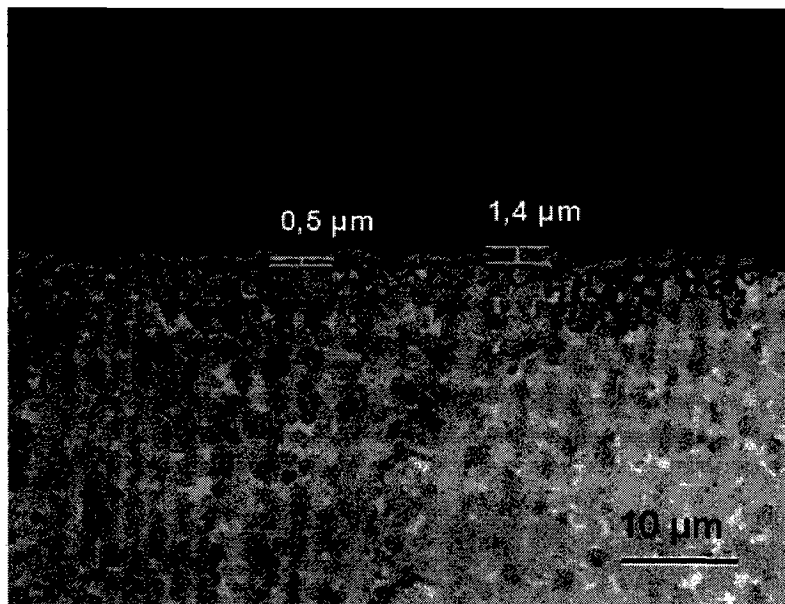


图 14

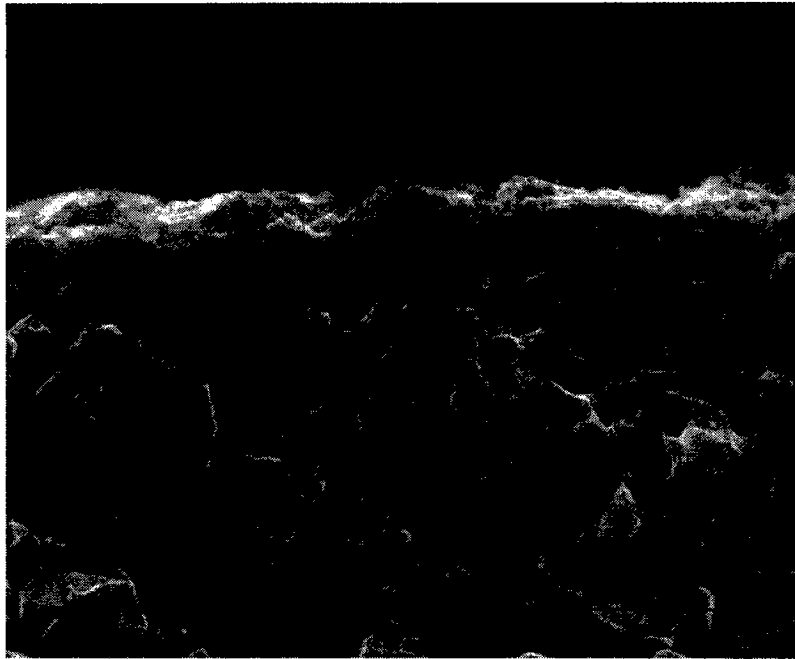


图 15

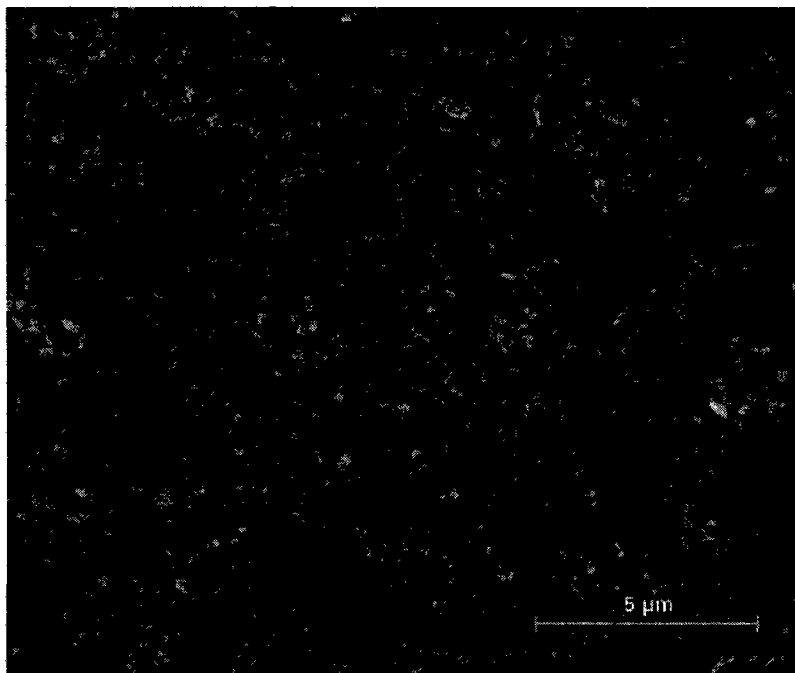


图 16

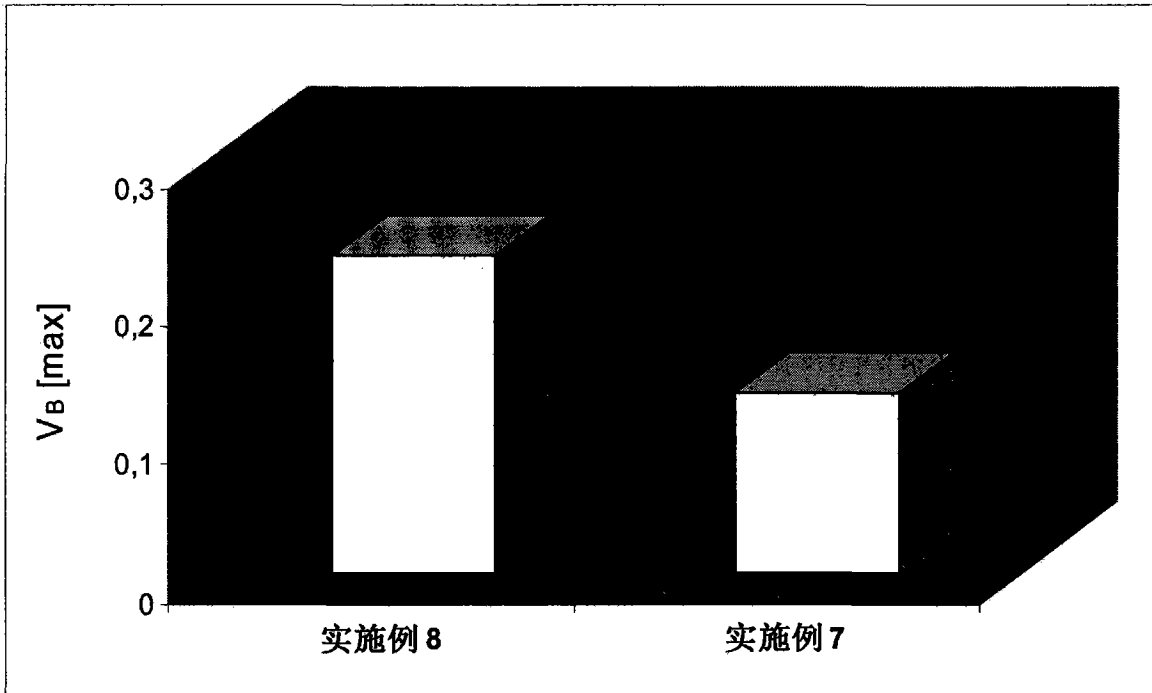


图 17