



Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

(10) ES	(11) NUMERO	(10) A 1
(21)	460.647	
(22)	FECHA DE PRESENTACION	
	5-7-1977	

29 OCT 1977

PATENTE DE INVENCION

(30) PRIORIDADES:		
(31) NUMERO	(32) FECHA	(33) PAIS
8551/76	5-7-76	Suiza
8550/76	5-7-76	Suiza
7153/77	10-6-77	Suiza
(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C23C	
(54) TITULO DE LA INVENCION		
"PERFECCIONAMIENTOS EN PIEZAS DE METAL DURO SOMETIDAS A DESGASTE"		
(71) SOLICITANTE (S)		
STELLRAM, S.A.		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
NYON (Suiza)		
(72) INVENTOR (ES)		
CHARLES HAUSER		
(73) TITULAR (ES)		
(74) REPRESENTANTE		
D. JOSE MIGUEL GOMEZ-ACEBO Y POMBO		

La presente invención se refiere a unos perfeccionamientos en piezas de metal duro sometidas a desgaste, principalmente para herramientas, recubiertas por lo menos en los lugares sometidos a desgaste de un revestimiento de protección estratificado.

Por "piezas de metal duro sometidas a desgaste", se designan generalmente las piezas constituidas por una mezcla de carburos metálicos de elevada dureza, por ejemplo WC, TiC, TaC, NbC, etc., comportando o no un metal que sirva de aglutinante, por ejemplo Fe, Co, Ni, etc. Dichas piezas pueden ser por ejemplo placas o herramientas de corte para el mecanizado de materiales duros, por ejemplo de aceros.

Es ya conocido, para aumentar la resistencia al desgaste de piezas en metal duro, recubrir su superficie por una capa simple o doble que comprenda por ejemplo un carburo y/o un óxido, un nitruro o un boruro.

El objeto de esta invención es pues proporcionar un revestimiento estratificado que mejore la resistencia al desgaste de las piezas en metal duro, con respecto a las diversas capas protectoras conocidas, combinando de forma apropiada y original diferentes tipos de capas resistentes al desgaste y a la oxidación, respectivamente, que sean compatibles unas con otras.

Se sabe ya igualmente que una herramienta de metal duro resiste mejor al desgaste del destalonado si está recubierta por ejemplo por carburo de titanio, y que la placa resiste mejor al desgaste en cráter, si está recubierta por ejemplo de nitru-

ro de titanio. Además, el desgaste general de una herramienta es debido principalmente a la oxidación prematura de la placa, y si ésta se encuentra recubierta por un óxido, el efecto de oxidación disminuirá y la resistencia de la herramienta al
5 desgaste aumentará de una manera general.

Sin embargo, el depósito de una capa de óxido directamente sobre una placa, plantea algunos problemas de adherencia. Si el depósito se hace sobre una capa de carburo de titanio, este efecto se encuentra sensiblemente disminuido; pero la adherencia del depósito queda limitada por la oxidación
10 del carburo de titanio, que ofrece a dicho fenómeno una resistencia mediana.

El objeto de esta invención, en vista a alcanzar el objetivo citado, consiste por consiguiente en lograr una pieza de
15 desgaste de metal duro, principalmente para herramientas, recubierta por lo menos en los lugares sometidos a desgaste, de un revestimiento de protección estratificado, caracterizado porque dicho revestimiento estratificado comporta por lo menos dos capas respectivamente de carburo o carbonitruro y de carbonitruro, nitruro u oxinitruro de metales de los grupos III
20 a VI de la clasificación periódica, así como por lo menos una capa de óxido de metal escogido entre el titanio, el hafnio, y el circonio, el aluminio, el cromo y el berilio, y porque dichas capas están exentas de metal de unión y son diferentes
25 unas a otras por su contenido en carbono, en nitrógeno y en oxígeno.

Según una variante de la invención, el carbono y/o el

nitrógeno de las diferentes capas, de carburo, carbonitruro, nitruro y oxinitruro, respectivamente, puede ser reemplazado, parcialmente, por el boro y/o por el silicio.

5 Como ejemplos preferidos del revestimiento estratificado, pueden mencionarse las tres combinaciones triples siguientes:

- a) una capa de carburo, una capa de nitruro y una capa de óxido;
- b) una capa de carbonitruro, preferentemente de carbonitruro de titanio, una capa de nitruro, y una capa de óxido;
- 10 c) una capa de carbonitruro, una capa de oxinitruro y una capa de óxido.

De una forma general, el contenido máximo en carbono se encuentra en la proximidad del metal duro de base, el contenido máximo en nitrógeno se encuentra en el centro del revestimiento estratificado y el contenido máximo en oxígeno se encuentra en la superficie de dicho revestimiento. El paso de los contenidos diferentes en carbono, nitrógeno y oxígeno, respectivamente, puede ser más o menos gradual; de modo general, se observa una interpenetración de las capas que conducen a
15 unas capas de transición comprendidas entre 0,1 y 10 μ , aproximadamente.

Por lo que concierne al espesor de cada una de las diferentes capas que constituyen el revestimiento estratificado, de que está provista la pieza sometida a desgaste según la invención, puede variar entre 0,3 y 10 μ aproximadamente, para
25 las capas de carbonitruro y nitruro, respectivamente, con un contenido en nitrógeno medio o elevado, de 0,2 a 10 μ , aproxi-

madamente, para la capa de carburo o de carbonitruro, respectivamente, con un contenido elevado en carbono unido, y de 0,1 a 10 μ para las capas de oxinitruro y de óxido, respectivamente, con contenido elevado en oxígeno.

5 Como carburos y nitruros, se prefiere utilizar los de Hf, Zr o Ti, en tanto que como óxidos, los preferidos son los de Hf, Zr y Al.

10 La elaboración de las capas combinadas que forman el revestimiento protector, puede hacerse muy simplemente por medio de deposición por reacción química en fase gaseosa (CVD), pero también por otros medios conocidos, tales como revestimiento por plasma, por deposición electrónica (sputtering), por PVD, etc. El depósito en fase gaseosa ofrece la ventaja de permitir la realización fácil del revestimiento, combinando la composición de los gases, la presión y la temperatura, pudiendo ser los diferentes parámetros fácilmente determinados por el técnico en la materia, y habiendo sido ya descritas con detalle anteriormente las técnicas de deposición o reacciones en fase gaseosa de los carburos, nitruros, carbonitruros, oxinitruros y óxidos. Además, las proporciones de la mezcla gaseosa pueden ser modificadas durante la deposición, cambiando en consecuencia la composición del revestimiento, ya sea de una forma continua, o bien de una manera discontinua.

15

20

25 Generalmente, la deposición se efectúa a una temperatura comprendida entre 850 y 1.200^o C, aproximadamente. Los productos iniciales gaseosos pueden ser por ejemplo un halogenuro, hidrógeno y un hidrocarburo o un compuesto nitrogenado para las de-

posiciones de carburo y de nitruro, respectivamente, en tanto que la deposición de óxido se realiza por ejemplo a partir de un halogenuro, de hidrógeno y de un compuesto oxigenado. La mezcla gaseosa puede igualmente contener un gas inerte como gas portante.

La invención se ilustrará a continuación con referencia a los ejemplos siguientes:

Ejemplo 1

Las placas de metal duro que deben recubrirse, son previamente limpiadas con cuidado, son introducidas en un horno en el que la temperatura está comprendida entre 800 y 1.200° C según la reacción a efectuar, en una mezcla gaseosa compuesta de hidrógeno, de tetracloruro de titanio, de propano y de un gas portador neutro. La mezcla gaseosa reacciona en la superficie de las piezas y deposita allí primeramente una capa de carburo de titanio. Después de aproximadamente treinta minutos, se disminuye la proporción de propano y se aporta nitrógeno, realizándose la supresión total del propano de forma gradual en aproximadamente quince minutos. Luego prosigue el revestimiento de las piezas en una mezcla gaseosa que contiene solamente tetracloruro de titanio, hidrógeno, nitrógeno y gas portador, durando esta operación aproximadamente entre 30 y 90 minutos; la deposición que se realiza es de nitruro de titanio puro. Seguidamente se introduce un nuevo elemento, el cloruro de aluminio, que es aportado con una mezcla de hidrógeno y de CO₂, conjuntamente a la supresión de la alimentación de tetracloruro de titanio y de nitrógeno. La duración

de esta última deposición está comprendida entre 30 y 60 minutos, y conduce a la formación superficial de una capa de óxido de aluminio.

El análisis metalográfico del revestimiento muestra que el TiC tiene un espesor de 3μ aproximadamente, que es gradualmente transformado en una capa de TiN de 5μ , para ser recubierto seguidamente por una capa de aluminio de alrededor de 5μ .

Las propiedades de resistencia o desgaste de las placas de corte así revestidas, han sido probadas en comparación con las placas revestidas de una simple capa doble de TiC - TiN; los resultados de estos ensayos fueron los siguientes:

a) Torneado de acero "CK 40"

15	Condiciones:	velocidad	300 m/min.	
		avance	0,41 mm/vuelta	
		profundidad de corte	2,5 mm	
		substrato	P 30	
		herramienta	geometría SPUN 12 03 08	
20	<u>capa</u>	<u>tiempo de corte</u> (segundos)	<u>desgaste de la herramienta (mm)</u> destalonado en cabeza	
	TiC-TiN	160	0,15	0,3
	TiC-TiN-Al ₂ O ₃	340	0,10	0,12

b) Ensayo en disco de acero "CK 40"

25	Condiciones:	velocidad mínima	230 m/min
		velocidad máxima	824 m/min
		profundidad de corte	1,5 mm

	avance	0,30 mm/vuelta
	substrato	P 30
	herramienta	geometría TCM 22 04 08
	Ø mínimo	70 mm
5	Ø máximo	250 mm

capa	<u>Ø en disco para el que se ha medido un desgaste sobre la cabeza de la herramienta (mm)</u>		
	<u>0,1</u>	<u>0,2</u>	<u>0,5</u>
TiC-TiN	164	168	169
10 TiC-TiN-Al ₂ O ₃	206	208	210

Los resultados arriba expuestos indican claramente que la herramienta de corte con capa doble (TiC - TiN) presenta unas propiedades de resistencia al desgaste notablemente menores que las de la herramienta de corte según la invención revestida de una capa triple (TiC - TiN-Al₂O₃).

Ejemplo 2

Las placas de metal duro que deben recubrirse son previamente limpiadas con cuidado; son luego introducidas en un horno, a una temperatura comprendida entre 800 y 1.200° según la reacción que debe efectuarse, con una mezcla gaseosa compuesta de tetracloruro de titanio, de propano, de hidrógeno y de un gas portador neutro. La mezcla gaseosa reacciona en la superficie de las piezas y deposita en ella carburo de titanio durante aproximadamente treinta minutos. La proporción de propano es entonces reducida y llevada luego progresivamente a cero, en tanto que es gradualmente introducido BCl₃; la duración de esta transición es de aproximadamente media hora. Luego, la mezcla

gaseosa es mantenida sin propano durante aproximadamente una hora. Durante este período, se deposita TiB_2 . Al final de este período, al tiempo que se suprime el aporte de $TiCl_4$ y de BCl_3 , se introduce conjuntamente cloruro de aluminio con cierta cantidad de CO_2 ; la deposición de aluminio se efectúa entonces durante cerca de una hora. El análisis metalográfico muestra una capa de TiC de aproximadamente 3μ , transformada gradualmente en TiB_2 , en una capa de aproximadamente 5μ , y superpuesta por una capa de aluminio aproximadamente de 3 a 5μ .

Ejemplo 3

Un revestimiento constituido por la tres capas de HfC , $Hf(OC)$ y Al_2O_3 , ha sido depositado en fase gaseosa sobre una herramienta de corte de metal duro. Se han ensayado seguidamente las propiedades de resistencia al desgaste de la herramienta de corte así revestida, habiéndose obtenido los resultados siguientes. Las mismas operaciones fueron efectuadas reemplazando Hf por Ti , y luego por Zr .

a) Torneado de acero "CK 40"

20	Condiciones:	avance	0,41 mm/vuelta	
		profundidad de corte	2,5 mm	
		substrato	P 30	
		herramienta	geometría SPUN 12 03 08	
25	<u>capa</u>	<u>velocidad</u> (m/min)	<u>tiempo de corte</u> (segundos)	<u>desgaste de la herramienta (mm)</u> destalonado en cabeza
	HfC-Hf(OC)- Al_2O_3	385	120	0,25 0,25

TiC-Ti (OC) -Al ₂ O ₃	280	120	0,20	0,20
ZrC-Zr (OC) -Al ₂ O ₃	300	120	0,25	0,25
herramienta no revestida	300	7	herramienta destruida	

5 b) Ensayo en disco de acero "CK 40"

	velocidad mínima	230m/min
	velocidad máxima	824 m/min
	profundidad de corte	1,5 mm.
	avance	0,30 mm/vuelta
10	substrato	P 30
	herramienta	geometría TCM 22 04 08
		Ø mínimo = 70 mm
		Ø máximo = 250 mm

	Capa	<u>Ø en disco para el que se ha medido un desgaste sobre la ca-</u>		
15		<u>beza de la herramienta (mm) .</u>		
		<u>0,1</u>	<u>0,2</u>	<u>0,5</u>
	HfC- Hf(OC) -Al ₂ O ₃	197	198	200
	TiC-Ti (OC) -Al ₂ O ₃	221,5	228	230
20	herramienta no revestida	120	130	135

Los resultados arriba expuestos indican igualmente de forma clara que la herramienta de corte según la invención revestida por una capa triple, presenta propiedades de resistencia al desgaste mucho más importantes que la herramienta de corte no tratada.

Ejemplo 4

Un revestimiento constituido por las tres capas de

TiN, Ti (ON) y Al₂O₃ respectivamente, se depuso en fase gaseosa sobre una herramienta de corte de metal duro. Se ensayaron las propiedades de resistencia al desgaste de la herramienta de corte así revestida, obteniéndose los resultados siguientes:

5	a) Torneado de acero "CK 40"		
	Condiciones:	velocidad	300 m/min.
		avance	0,41 mm/vuelta
		profundidad de corte	2,5 mm
		substrato	P 30
10		herramienta	geometría SPUN 12 03 08
	<u>capa</u>	<u>tiempo de corte</u> (segundos)	<u>desgaste de la herramienta (mm)</u> destalonado en cabeza
	TiN-Ti (ON) -Al ₂ O ₃	300	0,10 0,12
	placa no recubierta	7	placa destruida
15	b) Ensayo en disco de acero "CK 40"		
	Condiciones:	velocidad mínima	230 m/min
		velocidad máxima	824 m/min
		avance	0,3 mm/vuelta
		profundidad de corte	1,5 mm
20		substrato	P 30
		herramienta	geometría TCM 22 04 08
		∅ min.	70 mm
		∅ máx	250 mm
25	<u>capa</u>	<u>∅ en disco para el que se ha medido un desgaste sobre la cabeza de la herramienta (mm)</u>	
		<u>0,1</u>	<u>0,2</u> <u>0,5</u>

TiN-Ti(OH)-Al ₂ O ₃	206	208	210
placa no recu- bierta	120	130	135

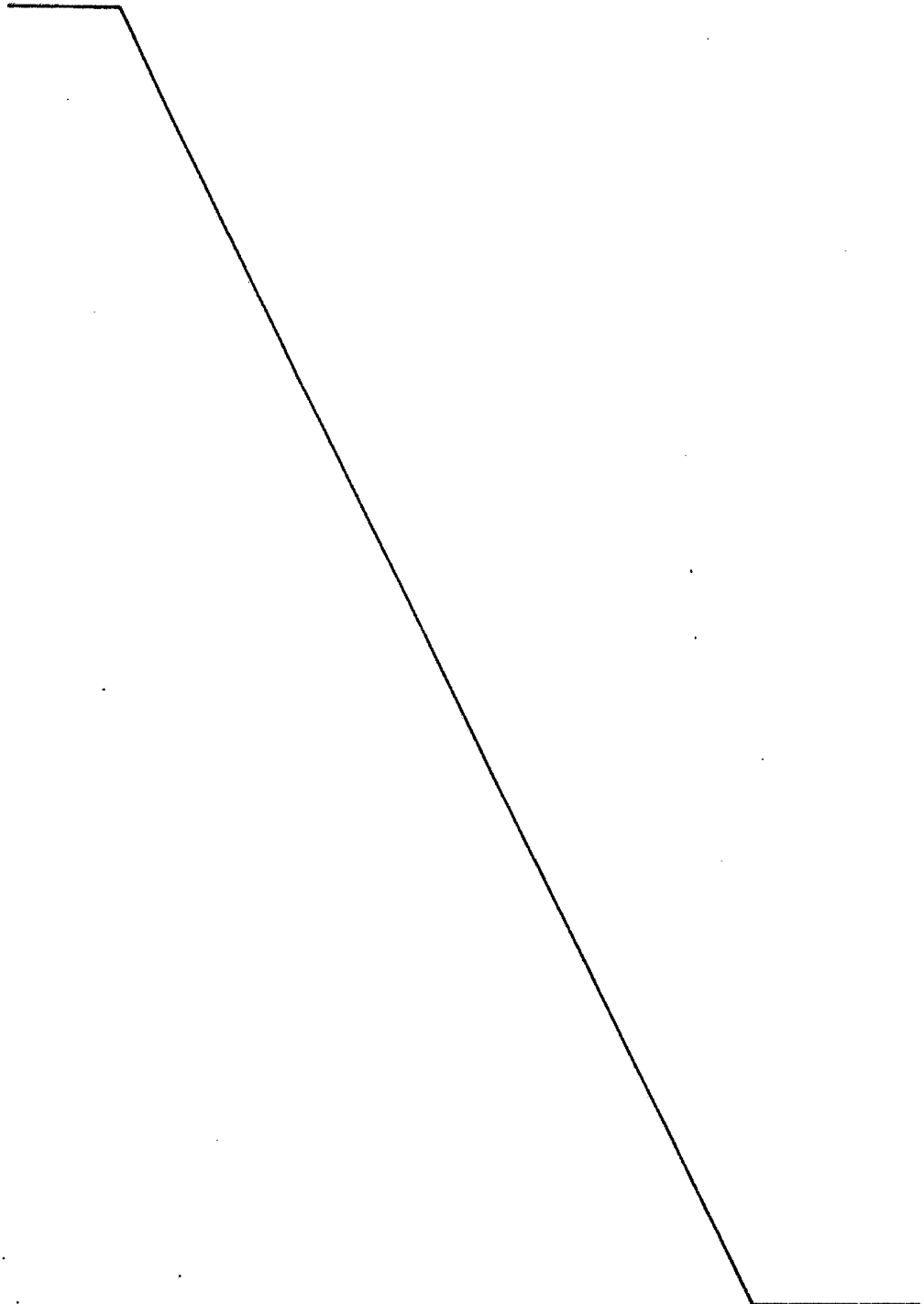
5 Los resultados arriba expuestos indican pues claramente que la herramienta de corte según la invención, revestida por una capa triple, presenta propiedades de resistencia al desgaste netamente superiores a las de una placa no tratada.

10 De una forma general, las piezas de desgaste según la invención, revestidas según los ejemplos precedentes, han demostrado un aumento de su duración de vida aproximadamente de un 20 a 100%, según las condiciones de utilización, con respecto a piezas análogas provistas de capas protectoras habituales. De todo ello resulta que las piezas de desgaste presentan, gracias a su revestimiento estratificado compuesto, unas características de resistencia al desgaste y a la oxidación, superiores a las otras combinaciones ya conocidas.

N O T A

20 Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de ponerlo en práctica, se hace constar que todo cuanto no altere, cambie o modifique su principio fundamental, puede quedar sometido a variaciones de detalle. También se hace constar que la presente invención corresponde a la descrita en las solicitudes de Patente nº^s 8550/76, 8551/76 y 7153/77 depositadas en Suiza en 5 de Julio de 1976, las dos primeras y 25 en 10 de Junio de 1977 la tercera, cuyas prioridades se reivindicán de acuerdo con los Convenios internacionales en vigor, siendo lo esencial y por lo que se solicita Patente de Invención, por

veinte años, lo que queda resumido en las siguientes reivindicaciones:



REIVINDICACIONES

1^a.- Perfeccionamientos en piezas de metal duro sometidas a desgaste, particularmente aplicables a útiles, del tipo de las recubiertas por lo menos en los lugares sometidos a desgaste de un revestimiento de protección estratificado, caracterizados porque dicho revestimiento estratificado comprende por lo menos dos capas de carburo o carbonitruro, y de carbonitruro, nitruro u oxinitruro de metales de los grupos III a VI de la clasificación periódica de los elementos, así como también por lo menos una capa de óxido de un metal escogido entre el titanio, el hafnio, el circonio, el aluminio, el cromo y el berilio, y porque dichas capas están exentas de metal aglomerante y son diferentes unas de otras por su contenido en carbono, en nitrógeno y en oxígeno.

2^a.- Perfeccionamientos según la reivindicación 1^a, caracterizados porque el carbono y/o el nitrógeno, son reemplazados parcialmente por el boro y/o el silicio.

3^a.- Perfeccionamientos según la reivindicación 1^a, caracterizados porque el revestimiento estratificado se constituye de por lo menos tres capas, siendo la capa en contacto con la pieza una capa de carburo y la capa externa una capa de óxido, y porque por lo menos una capa intermedia está constituida por una capa de nitruro o de oxicarburo.

4^a.- Perfeccionamientos según la reivindicación 3^a, caracterizados porque el revestimiento estratificado está constituido por una capa de carburo de titanio, una capa de nitruro de titanio y una capa de óxido de aluminio.

5^a.- Perfeccionamientos según la reivindicación 3^a, caracterizados porque el revestimiento se dota preferentemente, entre la capa de carburo y la de nitruro, de una capa de carbonitruro.

5 6^a.- Perfeccionamientos según la reivindicación 3^a, caracterizados porque el revestimiento se dota, entre la capa de nitruro y la de óxido, de una capa de oxinitruro.

10 7^a.- Perfeccionamientos según la reivindicación 1^a, caracterizados porque el revestimiento estratificado se dota de una capa de carbonitruro, una capa de oxinitruro y una capa de óxido.

15 8^a.- Perfeccionamientos según la reivindicación 1^a, caracterizados porque el revestimiento estratificado se constituye por lo menos de una capa de nitruro, cerca de la pieza, de una capa intermedia de oxinitruro, y de una capa externa de óxido.

 9^a.- Perfeccionamientos según la reivindicación 8^a, caracterizados porque el revestimiento se dota, además, entre la pieza y la capa de nitruro, de una capa de carbonitruro.

20 10^a.- Perfeccionamientos según la reivindicación 2^a, caracterizados porque el revestimiento estratificado se dota de una capa de carburo de titanio, de una capa de boruro de titanio y de una capa de óxido de aluminio.

25 11^a.- Perfeccionamientos según la reivindicación 1^a, o la reivindicación 2^a, caracterizados porque el revestimiento se dota de un contenido máximo en carbón en la proximidad del metal duro de base, de un contenido máximo en nitrógeno

en el centro del revestimiento, y de un contenido máximo en oxígeno en la superficie de dicho revestimiento.

5 12^a.- Perfeccionamientos según la reivindicación 11^a, caracterizados porque la capa cercana a la pieza de base se constituye de carburo de titanio, o de carbonitruro de tita-
nio, y porque el revestimiento externo se constituye de óxi-
do de aluminio.

10 13^a.- Perfeccionamientos según la reivindicación 11^a o la reivindicación 12^a, caracterizados porque la capa inter-
media se constituye de nitruro de titanio.

14^a.- Perfeccionamientos según una de las reivindi-
caciones 11^a a 13^a, caracterizados porque el revestimiento
pasa gradualmente de una capa rica en carbono a una capa ri-
ca en nitrógeno, y posteriormente a una capa rica en oxígeno.

15 15^a.- Perfeccionamientos según la reivindicación 1^a,
caracterizados porque las capas se interpenetran y porque el
espesor de cada capa de transición es de 0,1 μ .

20 16^a.- Perfeccionamientos según la reivindicación 1^a,
caracterizados porque las capas de carbonitruro o de nitruro,
con un contenido de medio o elevado de nitrógeno, se dotan
cada una de ellas de un espesor de 0,3 a 10 μ .

25 17^a.- Perfeccionamientos según la reivindicación 1^a,
caracterizados porque las capas de carburo o de carbonitruro,
con un contenido elevado de carbono, se dotan cada una de un
espesor 0,2 a 10 μ .

18^a.- Perfeccionamientos según la reivindicación 1^a,
caracterizados porque las capas de oxinitruro o de óxido, con

un contenido elevado en oxígeno, se dotan de un espesor de 0,1 a 10 μ .

5 19^a.- Perfeccionamientos según la reivindicación 1^a, caracterizados porque los carburo, carbonitruro, nitruro y oxinitruro, se escogen entre los de hafnio, de titanio y de circonio.

 20^a.- Perfeccionamientos según la reivindicación 1^a, caracterizados por el óxido de metal es un óxido de hafnio, de circonio o de aluminio.

10 21^a.- Perfeccionamientos según la reivindicación 1^a, caracterizados porque el revestimiento se obtiene por reacciones químicas en fase gaseosa.

 22^a.- PERFECCIONAMIENTOS EN PIEZAS DE METAL DURO SOMETIDAS A DESGASTE,
15 tal y como queda descrito y reivindicado en la presente memoria que consta de dieciséis hojas mecanografiadas por una sola cara .

BARCELONA, 5 de Julio de 1.977

STELLRAM, S.A.
P.P.
J. M. GOMEZ-ACEBO Y POMBO
P. P. Fdo. E. Ferreguela Colón

