



República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(21) PI 0920405-9 A2



(22) Data do Depósito: 05/10/2009

(43) Data da Publicação Nacional: 15/12/2020

(54) Título: ALCRO CÚBICO DE FASE NÃO-GAMA.

(51) Int. Cl.: C23C 30/00; B23B 27/00; B23B 27/02; B23B 27/08; B23B 27/14.

(30) Prioridade Unionista: 10/10/2008 US 61/104,293.

(71) Depositante(es): OERLIKON TRADING AG, TRÜBBACH.

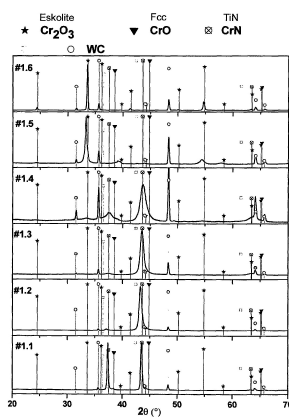
(72) Inventor(es): DENIS KURAPOV.

(86) Pedido PCT: PCT EP2009007118 de 05/10/2009

(87) Publicação PCT: WO 2010/040494 de 15/04/2010

(85) Data da Fase Nacional: 11/04/2011

(57) Resumo: AlCrO CÚBICO DE FASE NÃO-GAMA. A presente invenção refere-se a revestimentos para ferramentas com pelo menos uma camada, compreendendo esta pelo menos uma camada componentes metálicos representados por AlxCr_{1-x} , em que x é uma proporção atômica que satisfaz 0 menor igual a X menor igual a 0,84 e compreendendo componentes não-metálicos representados por O_{1-y}Z_y , onde Z é pelo menos um elemento selecionado do grupo de N, B, C e O menor igual a X menor igual a 0,65, preferivelmente y menor igual a 0,5, caracterizado pelo fato de que o revestimento compreende pelo menos parcialmente um Cr cúbico não-gama e fase compreendendo óxido de tal maneira que o padrão por difração por raios X mostre a formação de fase cúbica que não seja a fase cúbica do CrN.



Relatório Descritivo da Patente de Invenção para "AICrO CÚBICO DE FASE NÃO-GAMA".

A presente invenção refere-se a um sistema de revestimento baseado na deposição física em fase vapor (PVD) para o revestimento de peças e a um método para a fabricação dos revestimentos correspondentes. A invenção se refere ainda a peças revestidas mediante tal sistema de revestimento.

Estado da técnica

O emprego de um revestimento resistente ao desgaste é um método conhecido para aumentar a vida útil de uma ferramenta. Os revestimentos são particularmente úteis para aumentar a dureza de superfícies, a dureza a quente bem como para resistir ao desgaste químico e por abrasão. Além disso, a resistência à oxidação e a estabilidade térmica da superfície de trabalho podem ser significativamente aumentadas.

Devido à sua excepcional estabilidade em altas temperaturas e resistência ao desgaste químico, revestimentos de Al_2O_3 vêm sendo empregados há muitos anos na proteção de superfícies de ferramentas de corte. Hoje em dia, revestimentos de Al_2O_3 comercialmente disponíveis podem ser produzidos principalmente por processos de deposição química em fase vapor (CVD) a altas temperaturas. Por exemplo, de acordo com a U.S. 2004/202877, a deposição de alfa- Al_2O_3 requer temperaturas entre 950 e 1050°C. A utilização de altas temperaturas de deposição restringe a escolha de materiais de substrato exclusivamente aos carbonetos de classe especial. Isso, além do problema adicional de uma inevitável concentração de produtos de decomposição indesejáveis (tais como halógenos), constitui a principal desvantagem do processo de revestimento CVD. Além disso, os revestimentos CVD estão geralmente sujeitos a tensão de tração como resultado dos diferentes coeficientes de expansão térmica do revestimento e do material de base durante o revestimento das altas temperaturas de precipitação comuns ao processo. Uma vez que tal estresse leva a fissuração, por exemplo, fraturas, o que torna estes revestimentos menos do que adequados para processos de usinagem tais como revestimento interrompido.

Alternativamente, revestimentos com Al_2O_3 podem ser produzidos por deposição física em fase vapor (PVD) a temperaturas mais baixas.

EP 0513662 e US 5.310.607 (Balzers) descrevem uma camada metálica dura de $(\text{Al},\text{Cr})_2\text{O}_3$, uma ferramenta revestida com ela e um processo para produzir esta camada mediante o qual de um crisol que atua como anodo em uma descarga de arco de baixa voltagem (LVA), pós de Al e Cr são conjuntamente vaporizados e depositados em ferramentas em uma atmosfera de Ar/O_2 a cerca de 600°C . O revestimento exibe tensão de compressão residual e consiste essencialmente em cristais misturados com um teor de Cr acima de 5%, com sua estabilidade termodinâmica aumentada por um alto teor de alumínio, sua resistência à abrasão aumentada por uma maior concentração de cromo. A camada é denominada óxido de α -alumínio modificado (coríndon) com um desvio que reflete o teor de cromo. Contudo, devido às propriedades isolantes dessas camadas, sua fabricação pela técnica de LVA mencionada resulta em dificuldades relacionadas ao processo na operação contínua.

WO 2008/043606 (Balzers) descreve a deposição de revestimentos resistentes ao desgaste contendo uma camada cristalina mista $(\text{Me}_1\text{-}_x\text{Me}_2)_2\text{O}_3$ na qual Me1 e Me2 representam cada um pelo menos um dos elementos Al, Cr, Fe, Li, Mg, Nb, Ti, Sb ou V e os elementos de Me1 e Me2 diferem um do outro. As camadas exibem uma estrutura de coríndon. Os revestimentos foram produzidos por método de evaporação por arco catódico. Acredita-se que os revestimentos produzidos herdaram as propriedades da α - Al_2O_3 e, assim, possuem excepcional resistência térmica e à oxidação. Além disso, o procedimento de deposição utilizado que possibilita a deposição de camadas óxidas sofre tensão de compressão. Ademais, indica-se que a evaporação por arco catódico é um método de deposição muito promissor para a produção de camadas óxidas ou não-condutoras.

JP 2008/018503A (MMC) descreve a deposição de uma estrutura com duas camadas consistindo em uma camada de nitrato e uma camada superior óxida composta $(\text{AlCr})_2\text{O}_3$. Uma camada óxida composta de Al e Cr que satisfaz uma composição específica com a fórmula: $(\text{Al}_{1-q}\text{Cr}_q)$ com uma

estrutura cristalina de tipo α . Reivindica-se que a estrutura de revestimento contendo uma camada óxida proporciona desempenho de corte excepcional.

WO 2004/097062 (KOBELCO) descreve um método pelo qual o crescimento dos cristais de óxido de alumínio é interrompido a intervalos periódicos por finas camadas óxidas de diferentes metais óxidos que crescem igualmente ao longo de uma estrutura de coríndon tal como Cr_2O_3 , Fe_2O_3 , $(\text{AlCr})_2\text{O}_3$, $(\text{AlFe})_2\text{O}_3$ ou pelo menos pela dispersão periódica de tais óxidos. As regiões de camada englobando esses outros óxidos metálicos deverão ser mantidas a menos de 10% e preferivelmente até mesmo menos de 2%.
10 Parece, contudo, que os longos tempos de revestimento envolvidos na produção dessas camadas, de cerca de 5 horas para 2 μm , não são muito práticas em termos de processos industriais.

US 2004/121147 (KOBELCO) descreve a deposição de coríndon do tipo Cr_2O_3 , $(\text{AlCr})_2\text{O}_3$ e $(\text{AlFe})_2\text{O}_3$ por meio de pulverização por magnétron.
15 Os autores propuseram a formação de molde epitaxial para o crescimento de estruturas do tipo coríndon. O molde foi produzido por meio de oxidação de uma camada de nitrato, por exemplo, TiAlN ou AlCrN .

EP 10990033 (Sandvik) descreve a utilização de pulverização dual por magnétron na deposição de uma camada com estrutura semelhante ao do espinélio e composição do tipo $\text{Me}_x\text{Al}_{2-x}\text{O}_3$ ($0 \leq x \leq 1$) na qual Me é formado por um ou mais dos metais do grupo Mg, Zn, Mn, Fe, Co, Ni, Cd, Cu, Cr e Sn. Aponta-se o fato de que ponto de reação do processo precisa ser otimizado para se obter uma taxa de deposição razoável. Além disso, os alvos foram especialmente elaborados para a deposição de revestimentos
25 com múltiplos componentes.

US 2004/0137281A1 (HITACHI TOOL ENGINEERING LTD.) descreve a utilização de um método de revestimento iônico por descarga de arco para a produção de camadas protetoras contendo Al, Cr e Si no componente metálico e N, B, C e O no componente não-metálico. Uma variedade muito ampla de concentrações de elementos, bem como numerosas combinações de composições químicas são reivindicadas. Contudo, reivindica-se uma concentração de oxigênio tão baixa quanto 25 at% no componen-
30

te não-metálico.

WO 2007/121954 (CEMECON AG) descreve a utilização de um procedimento de deposição por pulverização por magnetron para a produção de camadas de $(Al, Cr, Si)_2O_3$ com uma concentração de oxigênio de mais de 30 at% no componente não-metálico. Os autores reivindicaram que as camadas de $(Al, Cr, Si)_2O_3$ com estrutura cristalina de grupo espacial $Fd3m$ formada através da substituição do Al por Cr em $\gamma-Al_2O_3$. Ainda que os resultados de raios X apresentados não proporcionem as informações de que cristais consistindo em $(Al, Cr, Si)_2O_3$ tenham sido obtidos. Além disso, não é oferecida a composição química do composto, o que torna a formação da estrutura reivindicada muito questionável. Os autores também mencionaram que até 70% do oxigênio do revestimento precisa ser substituído por nitrogênio para se obter dureza suficiente.

Ainda que estes revestimentos anteriores da técnica demonstrem bom desempenho em termos de proteção, há aqui um grande potencial para melhorias adicionais. É bem sabido que as camadas de Al_2O_3 apresentam menor dureza a temperatura ambiente em comparação com as camadas de nitrato convencionais tais como $TiAlN$, $AlCrN$ e $TiCN$. Também é de se esperar que camadas de $(Al,Cr)_2O_3$ herdem menor dureza do Al_2O_3 . Além disso, a utilização de uma deposição por pulverização por magnetron é muito complicada e inviável comercialmente devido a uma janela de processamento muito estreita em combinação com uma taxa de deposição baixa. Por outro lado, a evaporação a arco catódico proporciona uma taxa de deposição estável, mas a maior emissão de gotículas do alvo resulta em uma superfície de revestimento significativamente grosseira. Além disso, mesmo durante a deposição a arco catódico de camadas óxidas, a taxa de deposição é mais lenta do que no caso de camadas de nitrato.

Objetivos da presente invenção

É, portanto, objetivo da presente invenção revelar um revestimento resistente ao desgaste com maior tempo de vida de ferramentas de usinagem para uma ampla variedade de aplicações, compreendendo aplicações de corte contínuo e intermitente incluindo, entre outras, aplicações de

perfuração, mineração, alargamento, torneamento, derivação, rosqueamento e prensagem.

Além disso, é objetivo da presente invenção revelar revestimentos para peças para componentes de usinagem de vários materiais tais como metais ferrosos e não-ferrosos bem como materiais compostos.

Além disso, é objetivo da presente invenção revelar revestimentos e/ou peças revestidas que podem ser usados sob várias condições de trabalho, tais como, por exemplo, cortes a seco, cortes com emulsão e refrigerantes líquidos, cortes com quantidade mínima de lubrificação e cortes com refrigerantes gasosos.

É outro objetivo da presente invenção revelar uma peça revestida com tal revestimento da invenção. Tal ferramenta de usinagem de peças é uma broca, fresa, prensa. O substrato da peça pode ser aço, incluindo, entre outros, aço de alta velocidade, carboneto cimentado, nitreto de boro cúbico, cermet ou um material cerâmico.

Para alcançar os objetivos mencionados acima, propomos um revestimento com melhores características. Tal revestimento compreende componentes metálicos representados pela fórmula Al_2Cr_{1-x} , na qual x é uma proporção atômica que satisfaz $0 \leq x \leq 1$ e um componente não-metálico representado pela fórmula $O_{1-y}(N, B, C)$, na qual y é uma proporção atômica que satisfaz $0 \leq y \leq 0,5$. A camada é caracterizada pelo fato de a estrutura cristalina da camada cristalina mista compreender uma estrutura cúbica e/ou mistura de estrutura cúbica e hexagonal. Tal característica de resistência ao desgaste é caracterizada especialmente pela alta resistência ao desgaste, estabilidade térmica, resistência à oxidação, dureza e dureza a quente. Tal revestimento resistente ao desgaste tem uma espessura de mais de $0,1 \mu m$ e menos de $30 \mu m$.

Além da camada cristalina mista de $Al_xCr_{1-x}O$, o sistema de camadas pode compreender uma ou mais camadas intermediárias, em particular uma camada de ligação e/ou uma camada de metal duro. Esta camada intermediária está posicionada entre a peça e a camada cristalina mista. Uma camada de revestimento pode ser depositada na camada cristalina

mista. A camada intermediária e a camada de cobertura contêm preferivelmente um dos metais dos subgrupos IV, V e VI da tabela periódica e/ou Al, Si, Fe, Ni, Co, Y, La ou uma mistura dos mesmos. Os metais da camada metálica dura e/ou da camada de cobertura são preferivelmente compostos por pelo menos um dentre N, C, O, B ou misturas dos mesmos e o composto com N ou CN é especialmente preferido.

Além disso, as seguintes variações são, por exemplo, possíveis:

- Uma modulação da proporção Al/Cr no AlCrO cúbico – nanocamadas podem ser produzidas por rotação em carrossel.
- 10 Multicamadas de AlCrO/nitretos podem ser depositadas diretamente ou em uma camada de suporte
- Uma mistura de AlCrO cúbico e AlCrO hexagonal
 - Um objetivo adicional da invenção é revelar um processo de PVD capaz de sintetizar esta combinação de camadas não somente em um
- 15 processo de deposição separado, mas também em um único processo de deposição. Durante tal processo, é usada preferivelmente uma temperatura de deposição < 650°C e mais preferivelmente < 550°C e uma atmosfera gasosa compreendendo predominantemente gás de diluição, preferivelmente N e gás reativo O com uma pressão gasosa total situada entre 0,5 e 10Pa e
- 20 uma voltagem de polarização entre 40 e 200V.

Breve descrição das figuras

Figura 1: padrão de difração por raios X dos revestimentos números 1.1 a 1.6 depositados usando-se alvos Cr e diferentes fluxos de oxigênio.

25 Figura 2: padrão de difração por raios X dos revestimentos números 2.1 a 2.6 depositados usando-se alvos AlCr (50/50) e diferentes fluxos de oxigênio.

Figura 3: padrão de difração por raios X dos revestimentos números 3.1 a 3.6 depositados usando-se alvos AlCr (70/30) e diferentes fluxos de oxigênio.

30

Figura 4: padrão de difração por raios X dos revestimentos números 4.1 a 4.5 depositados usando-se alvos AlCr (85/15) e diferentes fluxos

de oxigênio.

Figura 5: imagens SEM transversais de a) revestimento no. 2.3 e b) revestimento no. 2.6.

Figura 6: padrão de difração por raios X de a) revestimento número 2.4 após anelamento a 1000°C em atmosfera de N2 durante 60 minutos; b) revestimento no. 2.4 como depositado.

Figura 7: padrão de difração por raios X de a) revestimento número 3.3 após anelamento a 1000°C em atmosfera de N2 durante 60 minutos; b) revestimento no. 3.3 como depositado.

Figura 8: padrões de difração por raios X de: a) revestimento no. 4.5 após anelamento a 1000°C em atmosfera de N2 durante 60 minutos; b) revestimento no. 4.5 como deposto; c) revestimento no. 4.2 após anelamento a 1000°C em atmosfera de N2 durante 60 minutos; d) revestimento no. 4.2 como deposto.

Descrição detalhada da solução da invenção

Para produzir os revestimentos de acordo com a presente invenção, as peças foram colocadas em suportes giratórios duplos ou triplos apropriados. Os suportes foram posicionados na câmara de processamento a vácuo e a pressão da câmara foi reduzida por meio de uma bomba até cerca de 10^{-5} KPa (10^{-4} mbar).

Para gerar a temperatura de processamento, suportada por aquecedores por radiação, um arco de baixa voltagem (LVA) foi colocada em ignição entre uma câmara catódica separada por defletores provida de um catodo quente e das peças anódicas em uma atmosfera de argônio-hidrogênio.

Os seguintes parâmetros foram selecionados:

Corrente de descarga (LVA)	250 A
Fluxo de argônio	50 sccm
Fluxo de hidrogênio	300 sccm
Pressão do processo	1,4 Pa
Temperatura do substrato	aprox. 550°C
Duração do processo	45 min

Aqueles versados na técnica estarão familiarizados com possíveis alternativas. Por questão de preferência, o substrato foi conectado como o anodo no arco de baixa voltagem e também preferivelmente modulado de maneira unipolar ou bipolar (pulsed in unipolar or bipolar fashion).

5 Como a próxima etapa do procedimento, a texturização foi iniciada por ativação do arco de baixa voltagem entre o filamento e o anodo auxiliar. Aqui também, fontes de alimentação MF ou RF operadas por DC ou AC podem ser conectadas entre as peças e a base da estrutura. Por preferência, contudo, uma voltagem de polarização negativa foi aplicada às peças.

10 Os seguintes parâmetros de texturização foram selecionados:

Fluxo de argônio	60 sccm
Pressão do processo	0,24 Pa
Corrente de descarga (LVA)	150 A
Temperatura do substrato	aprox. 550°C
15 Duração do processo	10-60 min
Polarização	200 – 250 V

A etapa de processamento seguinte consistiu no revestimento do substrato com uma camada de interface TiN.

Para a deposição da camada de interface TiN, os seguintes parâmetros foram selecionados:

20 Fluxo de argônio	0 sccm (nenhum argônio)
Fluxo de nitrogênio	regulado por pressão a 0,8 Pa
Pressão do processo	0,8 Pa
Corrente da fonte DC, Ti	160 A
25 Corrente da bobina da fonte	1 A
Polarização do substrato DC	U = -100 V
Temperatura do substrato	aprox. 550°C
Duração do processo	10 min

Note que se for necessário uma ionização maior, todos os processos de revestimento podem ser auxiliados por meio do plasma do arco de baixa voltagem.

O revestimento do substrato com a presente camada funcional

ocorreu seja em nitrogênio puro, seja em uma mistura de nitrogênio e oxigênio. Uma vez que o revestimento óxido constitui uma camada de isolamento, foi usada uma fonte modulada ou um suprimento de polarização AC (pulsed or an AC bias supply).

- 5 Os parâmetros-chave da funcional principal foram selecionados como segue:

	Fluxo de oxigênio	0-600 sccm
	Fluxo de nitrogênio	regulado por pressão a 3,5 Pa
	Pressão do processo	3,5 Pa
10	Corrente da fonte DC, Al-Cr	180-200 A
	Corrente da bobina da fonte	0,5 - 1 A
	Polarização do substrato	U = 60 V (bipolar, 36 μ s negativo, 4 μ s positivo)
	Temperatura do substrato	aprox. 550°C
15	Duração do processo	150 min

- Os exemplos de teste nos. 1.1 a 4.5 mostrados na tabela 1 se referem a sistemas de camadas mais simples de acordo com a invenção, cada um consistindo em uma camada óxida do tipo $(Al_{1-x}Cr_x)O$ produzida em uma faixa de produção de $0 \leq x \leq 0,85$ e revestidas em uma intercamada de TiN. Os parâmetros remanescentes foram idênticos aos parâmetros descritos acima para a produção da camada funcional.
- 20

- A figura 1 mostra o padrão de difração por raios X dos revestimentos nos. 1.1-1.6 depositados usando-se alvos de Cr. Pode-se ver que o revestimento 1.1 depositado em uma atmosfera de nitrogênio puro exibe uma estrutura CrN. Adicionalmente, os reflexos dos substratos podem ser identificados. Se algum oxigênio for adicionado, o reflexo a cerca de 43,6° é levemente desviados para ângulos menores. Isso pode se relacionar com estresses internos quando o oxigênio é incorporado à estrutura. Os revestimentos 1.2-1.4, depositados com adição adicional de oxigênio ao gás reativo, exibem também uma mudança de textura na qual o reflexo na posição 20 de cerca de 43,6° é mais pronunciado. Para identificar a posição do reflexo, ambos os valores máximos médios foram conectados com uma linha reta. A
- 25
- 30

metade desta linha reta pode ser considerada como a posição do reflexo. Das figuras 1.2 a 1.4 o reflexo a cerca de $43,6^\circ$ apresenta um desvio para as posições de ângulo mais alto com maior teor de oxigênio. Como se pode ver na figura para os revestimentos 1.5 e 1.6, o reflexo a cerca de $43,6^\circ$ desaparece completamente e os espectros apresentam uma clara estrutura de eskolite com textura predominante. A composição química, conforme medida por meio de espectroscopia de retrodispersão de Rutherford (RBS) para os revestimentos 1.1-1.6 conforme mostrado na tabela 1. O revestimento 1.1 mostra clara formação de CrN estequiométrico. Os revestimentos 1.2-1.4 mostram substituição contínua de nitrogênio por oxigênio na composição do revestimento. O revestimento 1.4 depositado no fluxo de oxigênio de 130 sccm apresenta formação de uma composição rica em oxigênio. O revestimento 1.4 compreende quase três vezes menos nitrogênio do que oxigênio. Uma vez que o revestimento 1.4 apresenta somente uma concentração baixa de nitrogênio e uma alta concentração de oxigênio e o padrão de difração por raios x apresenta uma formação de fase cúbica que se desvia na direção do CrO cúbico se mais nitrogênio for substituído por oxigênio, concluímos que pelo menos CrO parcialmente cúbico é formado.

A figura 2 mostra padrões de difração por raios X para os revestimentos 2.1-2.6 depositados usando-se alvos de AlCr (50/50) e fluxo de oxigênio de 0 a 400 sccm. Todos os padrões de difração de raios X mostrados na figura 2 exibem reflexos do substrato WC e da intercamada TiN. O revestimento 2.1 depositado em uma atmosfera de nitrogênio puro mostra a formação de AlCrN cúbico. O AlCrN cúbico pode ser identificado por dois reflexos de CrN cúbico em 20 posições de cerca de $37,5^\circ$ e $43,6^\circ$. O pequeno desvio de pico para os 20 ângulos mais altos pode ser atribuído à incorporação de Al na estrutura do CrN cúbico. Isso se alinha com os resultados das medições por RBS listadas na tabela 1, nos quais somente o nitrogênio do revestimento foi medido. Os revestimentos 2.2-2.5 foram depositados com um fluxo de oxigênio que foi aumentado de 100 sccm (2.2) para 200 sccm (2.5). Os revestimentos respectivos apresentam um reflexo bastante pronunciado na posição 2θ de cerca de $43,6^\circ$. O reflexo fica mais pronunciado à

- medida que o fluxo de oxigênio aumenta de 100 para 150 sccm. A intensidade do reflexo diminui quando o fluxo de oxigênio aumenta de 150 para 200 sccm. Além disso, a posição do reflexo muda continuamente de AlCrN cúbico para CrO cúbico quando o fluxo de oxigênio aumenta. Como pode ser visto na tabela 1, o revestimento 2.3 depositado a um fluxo de oxigênio de 150 sccm tem um alto teor de oxigênio e um baixo teor de nitrogênio. Além disso, os revestimentos 2.4 e 2.5 apresentam presença somente de oxigênio como parte não-metálica. Os resultados da análise química em combinação com difração por raios X confirmam a formação do óxido com estrutura cúbica.
- 10 Pelo menos cinco reflexos de Cr_2O_3 com estrutura de tipo hexagonal podem ser identificados no padrão de dispersão por raios X do revestimento 2.6 depositado no fluxo de oxigênio de 400 sccm. Este resultado se correlaciona bem com a composição química do revestimento no qual somente oxigênio foi detectado no componente não-metálico.
- 15 A figura 3 mostra padrões de difração por raios X para os revestimentos 3.1-3.6 depositados usando-se alvos de AlCr (70/30) e fluxos de oxigênio variando de 0 a 660 sccm. Todos os padrões de difração por raios X mostrados na figura 3 apresentam reflexos do substrato WC e da intercama de TiN. O revestimento 3.1 depositado em uma atmosfera de nitrogênio puro apresenta formação de AlCrN cúbico. Como já discutido, o AlCrN cúbico pode ser identificado por dois reflexos de CrN cúbico nas posições 2θ de cerca de $37,5^\circ$ e $43,6^\circ$. O leve deslocamento de pico para os ângulos 2θ mais elevados podem ser atribuídos à incorporação de Al na estrutura do CrN cúbico. A introdução do oxigênio na atmosfera do gás reativo resultou
- 20 na formação das camadas óxidas 3.2-3.4 com estrutura cúbica. Nos fluxos de oxigênio de 400 a 600 sccm, as camadas óxidas 3.5 e 3.6 apresentam estrutura hexagonal. Além disso, os padrões de difração por raios X de 3.5 e 3.6 apresentam fracos reflexos na posição 2θ de cerca de 45° e 67° que podem pertencer ao Al_2O_3 gama.
- 25 A fig. 4 mostra padrões de difração por raios X para os revestimentos 4.1-4.5 depositados usando-se alvos AlCr (85/15) e fluxos de oxigênio variando de 0 a 400 sccm. Todos os padrões de difração por raios X
- 30

mostrados na figura 4 apresentam reflexos do substrato WC e da subcamada TiN. O revestimento 4.1 depositado na atmosfera de nitrogênio puro apresenta estrutura amorfa sem qualquer reflexo da camada funcional. No geral, a mesma estrutura pode ser observada para o revestimento 4.2, que foi depositado a um fluxo de oxigênio de 100 sccm. Os revestimentos 4.3 e 4.4, que contêm principalmente oxigênio no componente não-metálico, apresentam formação de estrutura cúbica. No fluxo de oxigênio de 400 sccm, formação somente de Al_2O_3 gama pode ser observada.

Os resultados listados acima confirmam a formação de revestimentos óxidos com estrutura cúbica como CrO, mas não como Al_2O_3 a certos fluxos de oxigênio e em uma ampla faixa de composições. Os revestimentos óxidos com estrutura cúbica podem ser produzidos mesmo a maiores teores de Al, nos quais o crescimento de fases hexagonais não é possível.

A figura 5 mostra as imagens SEM transversais do revestimento 2.3 (figura 5a) com estrutura cúbica e 2.6 com estrutura hexagonal (figura 5b). Pode ser observado que o revestimento 2.3 (figura 5a) tem uma estrutura densa sem gotículas pronunciadas. O revestimento 2.6, contudo (figura 5b), apresenta muitas gotículas grosseiras (marcados com setas). As gotículas incorporadas no revestimento 2.6 resultam em superfícies mais grosseiras em comparação com o revestimento 2.3. Esta é uma das razões pelas quais é benéfico produzir revestimentos óxidos com estrutura cúbica.

Para investigar a estabilidade térmica dos revestimentos, experimentos de anelamento foram realizados. As amostras foram aquecidas a até 1000°C durante 25 minutos e mantidas no forno por 60 minutos. O aquecimento e o anelamento foram realizados em atmosfera de nitrogênio. As alterações de estrutura devidas ao anelamento foram detectadas por meio de difração por raios x. As figuras 8a e 8b mostram os padrões de difração por raios X do revestimento 4.5 a) após e b) antes do anelamento. Como pode ser visto, há uma alteração drástica do padrão de difração após o anelamento. Nossa explicação é que o revestimento 4.5 com estrutura gama (cúbica) antes do anelamento apresenta formação de fase hexagonal após o anelamento. Isso não é muito surpreendente, uma vez é sabido que estru-

ras de fase gama se transformam em estruturas de fase alfa sob condições de envelhecimento.

A figura 8c e a figura 8d mostram os padrões de difração por raios X do revestimento 4.2 c) após e d) antes do envelhecimento. O revestimento 4.2 com estrutura cúbica não apresenta alterações consideráveis da estrutura cristalina, uma vez que o padrão de difração por raios X em essência não mudou. Em conclusão, a estrutura cúbica predominante de 4.2 não é uma estrutura de fase gama. O mesmo comportamento foi observado em todos os outros revestimentos, conforme mostrado nas figuras 6 e 7.

A taxa de deposição para os revestimentos de Al-Cr-O-N como função do fluxo de oxigênio está listada na tabela 2. Pode ser claramente visto que independente da composição do alvo, a maior taxa de deposição pode ser alcançada no fluxo de oxigênio correspondente à formação da camada óxida com estrutura cúbica. A maior taxa de deposição das camadas óxidas com estruturas cúbicas não-gama é extremamente benéfica para processos de produção industriais devido ao consumo reduzido de tempo e, conseqüentemente, maior produtividade.

Foi observado (tabela 2) que a dureza dos revestimentos de Al-Cr-O-N com estrutura cúbica não-gama é maior do que a dos revestimentos com estrutura hexagonal ou semelhante a gama. Além disso, a dureza dos revestimentos óxidos com estrutura cúbica é ainda maior em comparação com aquela dos revestimentos de nitrato.

Os resultados dos testes de corte usando revestimentos de Al-Cr-O-N estão sumarizados na tabela 2. Condições de corte:

25	Peças:	DIN 1.7220 (200-220 HB)
	Ferramenta de corte	pastilha de corte de carboneto cimentado CNMG120408
	Velocidade de corte	200 m/min
	Taxa de alimentação	0,15 mm/revolt
30	Profundidade de corte	3 mm
	Refrigerante	seco
	Operação de corte	torneamento externo

Fim do tempo de vida medição do desgaste após um minuto de corte: critério para fim do tempo de vida: $VB_{\max} > 200 \text{ um}$

Como pode ser visto nas últimas 4 colunas da tabela 2, os revestimentos da invenção apresentam desempenho de corte significativamente maior em comparação com as camadas de nitrato puro bem como em comparação com as camadas óxidas com estrutura hexagonal ou gama.

Deve ser mencionado que para os fins de ampliar a faixa de aplicação da camada da invenção, a estrutura de revestimento pode incluir, por exemplo, uma camada de suporte bem como uma estrutura multicamadas compreendendo óxido cúbico e camadas de nitrato. O exemplo é mostrado na figura 9.

Um revestimento para peças foi revelado com pelo menos uma camada, compreendendo a pelo menos uma camada componentes metálicos representados por Al_xCr_{1-x} , em que x é uma proporção atômica que satisfaz $0 \leq x \leq 0,84$ e compreendendo componentes não-metálicos representados por $01-yZ_y$, em que Z é pelo menos um elemento selecionado do grupo de N, B, C e $0 \leq y \leq 0,65$, preferivelmente $y \leq 0,5$, caracterizado pelo fato de o revestimento compreender pelo menos parcialmente um Cr cúbico não-gama e fase compreendendo óxido de tal maneira que o padrão de difração por raio X mostre a formação de fase cúbica que não é a fase cúbica do CrN.

Preferivelmente, o revestimento para peças mencionado acima é caracterizado pelo fato de $x \geq 0,5$.

Preferivelmente, o padrão de difração por raios X essencialmente não apresenta alterações após anelamento a até 1000°C durante 25 minutos em comparação com antes do anelamento.

Um corpo revestido com um revestimento de acordo com o método acima é revelado. Preferivelmente para este corpo revestido uma camada adicional, preferivelmente uma camada de TiN, é proporcionada entre o revestimento e a superfície do corpo.

O corpo revestido acima mencionado pode ser uma ferramenta, preferivelmente selecionada do grupo de brocas, fresas, pastilhas e prensas,

lâminas de serra.

Método para revestir corpos compreendendo as etapas de

- proporcionar um corpo ou corpos para serem revestidos
- introdução do corpo ou corpos em um sistema de revestimento

5 por revestimento iônico por descarga de arco com um alvo com a composição AlCr1-a na qual $0 \leq a \leq 0,85$.

– realização do revestimento iônico por descarga de arco de tal maneira que pelo menos uma etapa do processo compreenda um fluxo de oxigênio entre 50 sccm e 400 sccm, preferivelmente entre 100 sccm e 400

10 sccm, mais preferivelmente entre 150 sccm e 200 sccm.

Preferivelmente, pelo menos uma etapa de processamento do método acima mencionado compreende um fluxo de nitrogênio, de tal maneira que a pressão seja regulada em 3,5 Pa.

15 Preferivelmente, nenhum argônio é adicionado como gás de processamento.

Tabela 1

ID	Composição do alvo	Número de alvos	Fluxo de oxigênio (sccm)	Coeficientes estequiométricos			
				Al	Cr	O	N
1,1	Cr	4	0	0	2	0	1,9
1,2	Cr	4	50	0	2	0,3	1,7
1,3	Cr	4	100	0	2	1,2	1,3
1,4	Cr	4	130	0	2	1,95	0,7
1,5	Cr	4	150	0	2	2,65	0
1,6	Cr	4	200	0	2	2,9	0
2,1	AlCr (50/50)	2	0	0,91	1,04	0	1,75
2,2	AlCr (50/50)	2	100	0,93	1,07	1	1,1
2,3	AlCr (50/50)	2	150	0,97	1,03	2,4	0,45
2,4	AlCr (50/50)	2	180	0,95	1,05	2,8	0
2,5	AlCr (50/50)	2	200	0,96	1,04	2,85	0
2,6	AlCr (50/50)	2	400	1	1	3	0

ID	Composição do alvo	Número de alvos	Fluxo de oxigênio	Coeficientes estequiométricos			
3,1	AlCr (70/30)	2	0	1,34	0,66	0	1,8
3,2	AlCr (70/30)	2	100	1,34	0,66	1,35	1,1
3,3	AlCr (70/30)	2	150	1,37	0,63	2,65	0
3,4	AlCr (70/30)	2	200	1,35	0,65	2,85	0
3,5	AlCr (70/30)	2	400	1,39	0,61	2,8	0
3,6	AlCr (70/30)	2	600	1,37	0,63	2,7	0
4,1	AlCr (85/15)	2	0	1,65	0,35	0	1,95
4,2	AlCr (85/15)	2	100	1,64	0,36	1,7	0,9
4,3	AlCr (85/15)	2	150	1,66	0,34	2,75	0,2
4,4	AlCr (85/15)	2	200	1,67	0,33	2,65	0,15
4,5	AlCr (85/15)	2	400	1,68	0,32	2,65	0,1

Tabela 2

ID	Taxa de deposição (nm/min)	Dureza (GPa)	Vida útil da ferramenta (tempo (min))
1,1	29,8	22,3	1
1,2	29,8	34,2	1
1,3	33,3	33,8	1
1,4	35,3	35,4	1
1,5	35,3	30,2	1
1,6	27	29,8	1
2,1	23,9	35,7	2
2,2	29,7	43,2	3
2,3	27	35,8	6
2,4	25,2	34,4	6
2,5	27,7	31,9	5
2,6	20,7	28,1	5

ID	Taxa de deposição (nm/min)	Dureza (GPa)	Vida útil da ferramenta (tempo (min))
3,1	24,5	36,9	2
3,2	27,5	45,3	4
3,3	26,1	35,1	6
3,4	23,4	31,1	6
3,5	16,7	29,2	5
3,6	16	28,6	5
4,1	23	27,8	1
4,2	23	23	3
4,3	28	31,3	7
4,4	16	28,9	6
4,5	15	24,5	6

REIVINDICAÇÕES

1. Revestimento para objetos com pelo menos uma camada, compreendendo a, pelo menos uma, camada componentes metálicos representados por Al_xCr_{1-x} , em que x é uma proporção atômica que satisfaz a
 5 fórmula $0 \leq x \leq 0,84$ e compreendendo componentes não-metálicos representados por $0_{1-y}Z_y$, onde Z é pelo menos um elemento selecionado do grupo de N, B, C e $0 \leq x \leq 0,65$, preferivelmente $y \leq 0,5$, caracterizado pelo fato de que o revestimento compreende pelo menos parcialmente um Cr cúbico não-gama e fase compreendendo óxido de tal maneira que o padrão por difração por
 10 raios X mostre a formação de fase cúbica que não seja a fase cúbica do CrN.

2. Revestimento para peças de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de $x \geq 0,5$.

3. Revestimento para peças de acordo com qualquer uma das
 15 reivindicações 1 e 2, caracterizado pelo fato de o padrão de difração por raios X essencialmente não mostrar alterações após anelamento a até 1000°C durante 25 minutos em comparação com antes do anelamento.

4. Corpo revestido com um revestimento de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3.

20 5. Corpo revestido de acordo com a reivindicação 4, caracterizado pelo fato de que uma camada adicional, preferivelmente uma camada de TiN, ser proporcionada entre o revestimento e a superfície do corpo.

6. Corpo revestido de acordo com a reivindicação 5, sendo tal corpo uma ferramenta preferivelmente selecionada do grupo de brocas, fre-
 25 sas, e prensas, tarraxas, lâminas de serras.

7. Método para revestir corpos compreendendo as etapas de
 – proporcionar um corpo ou corpos para serem revestidos
 – introdução do corpo ou corpos em um sistema de revestimento por revestimento iônico por descarga de arco com um alvo com a composi-
 30 ção Al_aCr_{1-a} na qual $0 \leq a \leq 0,85$.

– realização do revestimento iônico por descarga de arco de tal maneira que pelo menos uma etapa do processo compreenda um fluxo de

oxigênio entre 50 sccm e 400 sccm, preferivelmente entre 100 sccm e 400 sccm, mais preferivelmente entre 150 sccm e 200 sccm.

8. Método de acordo com a reivindicação 7, caracterizado pelo fato de pelo menos uma etapa do processo compreender um fluxo de nitrogênio de tal maneira que a pressão seja regulada em 3,5 Pa.
- 5

9. Método de acordo com a reivindicação 8, caracterizado pelo fato de nenhum argônio ser adicionado como gás de processamento.

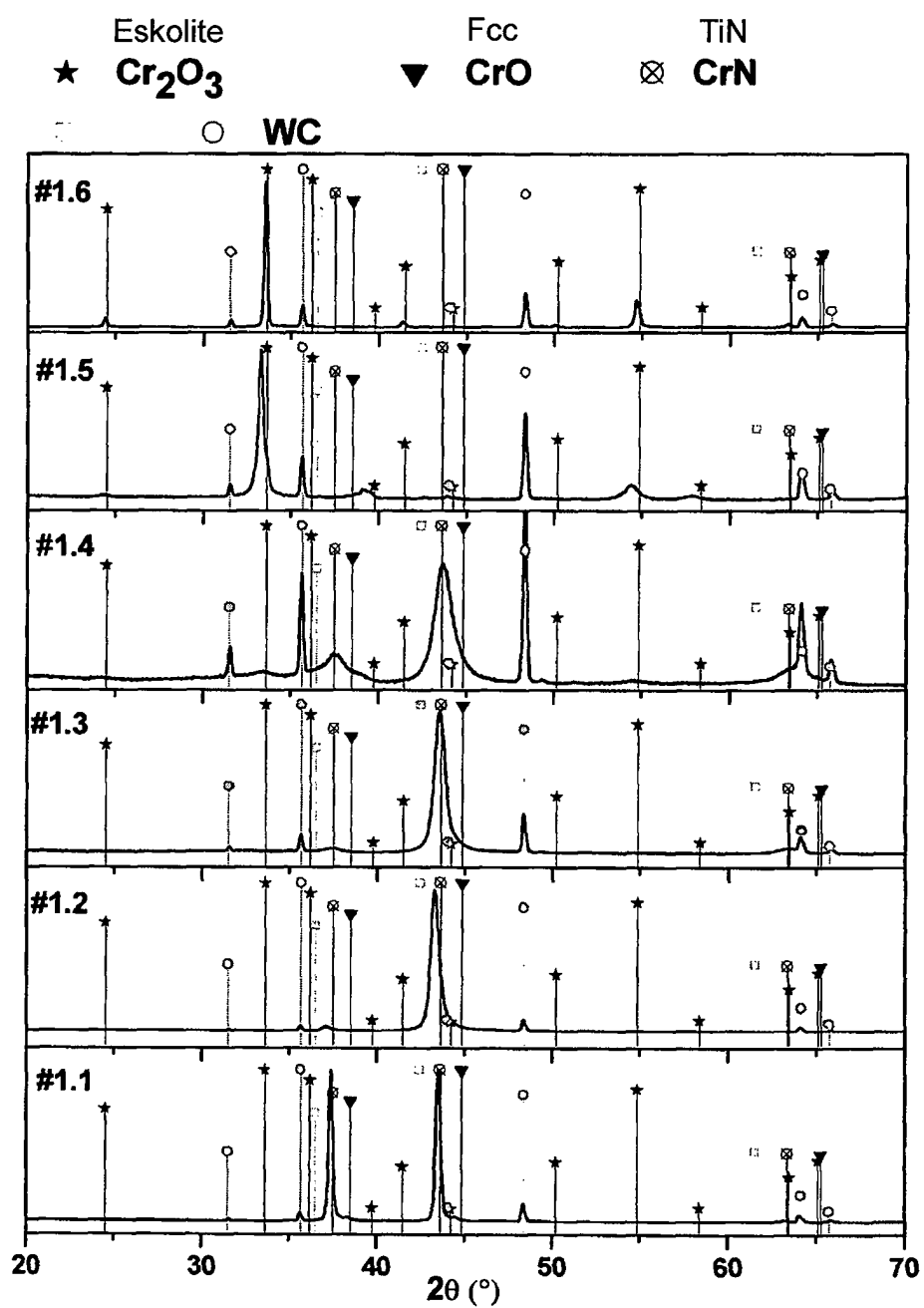


FIG. 1

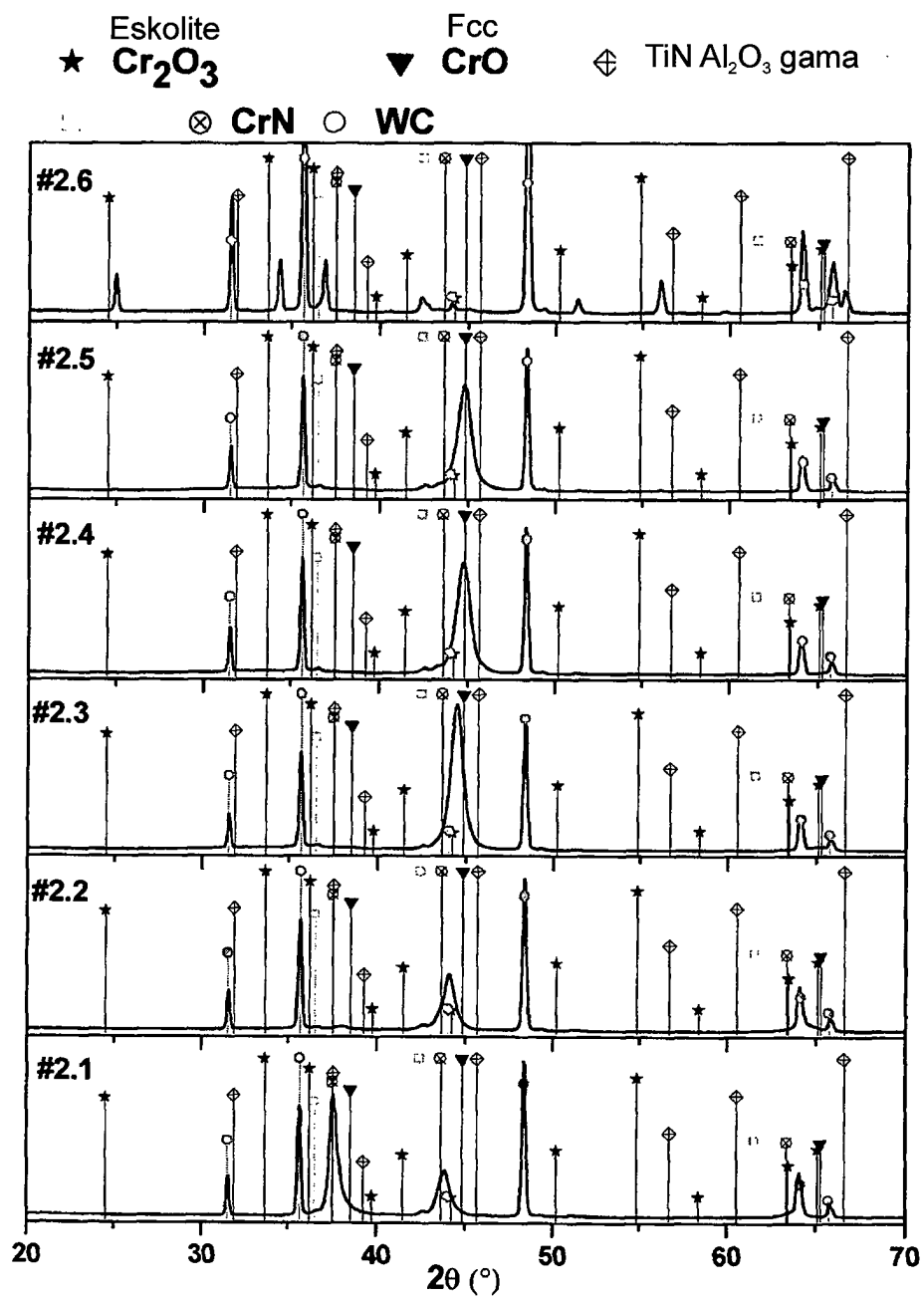


FIG. 2

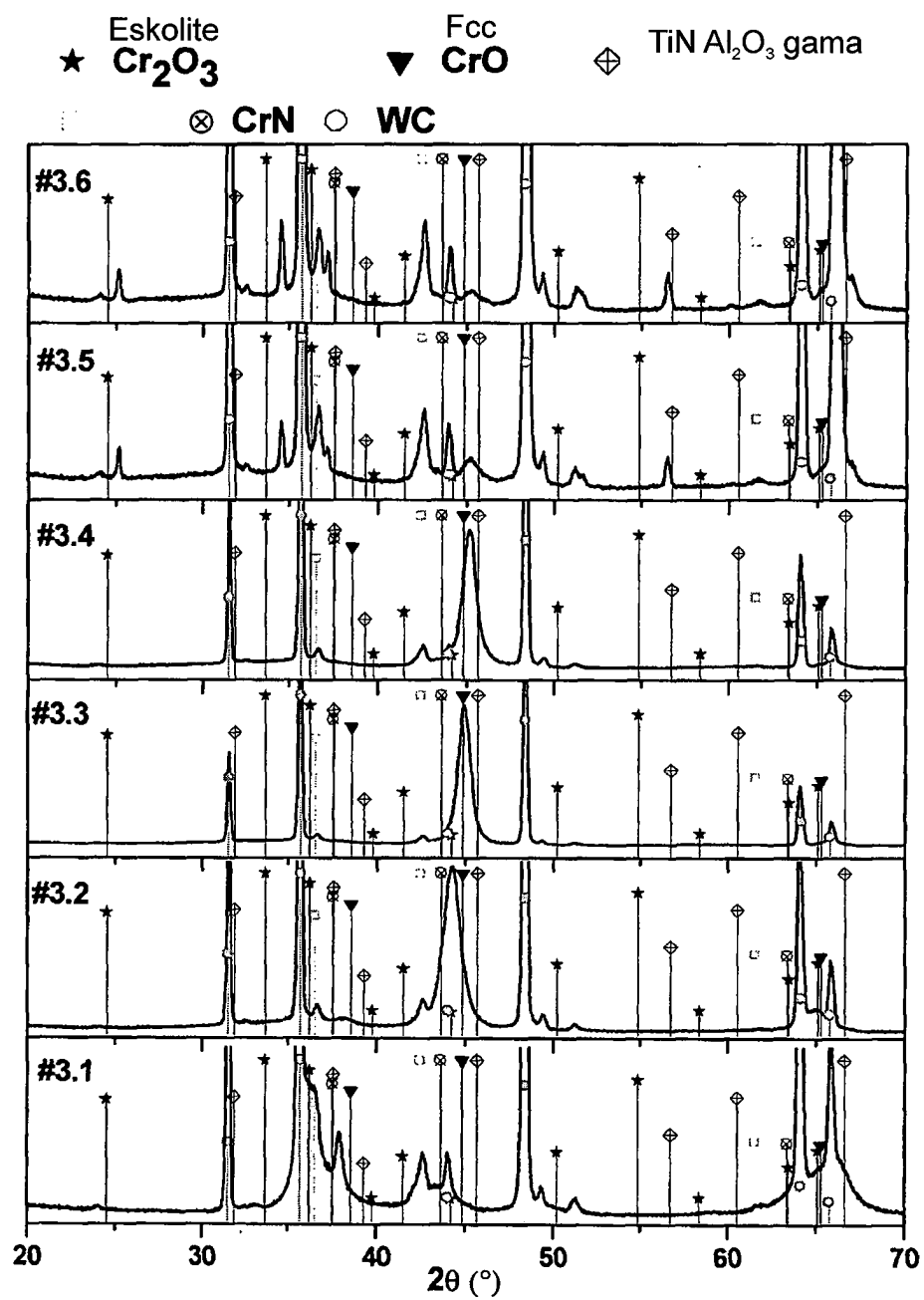


FIG. 3

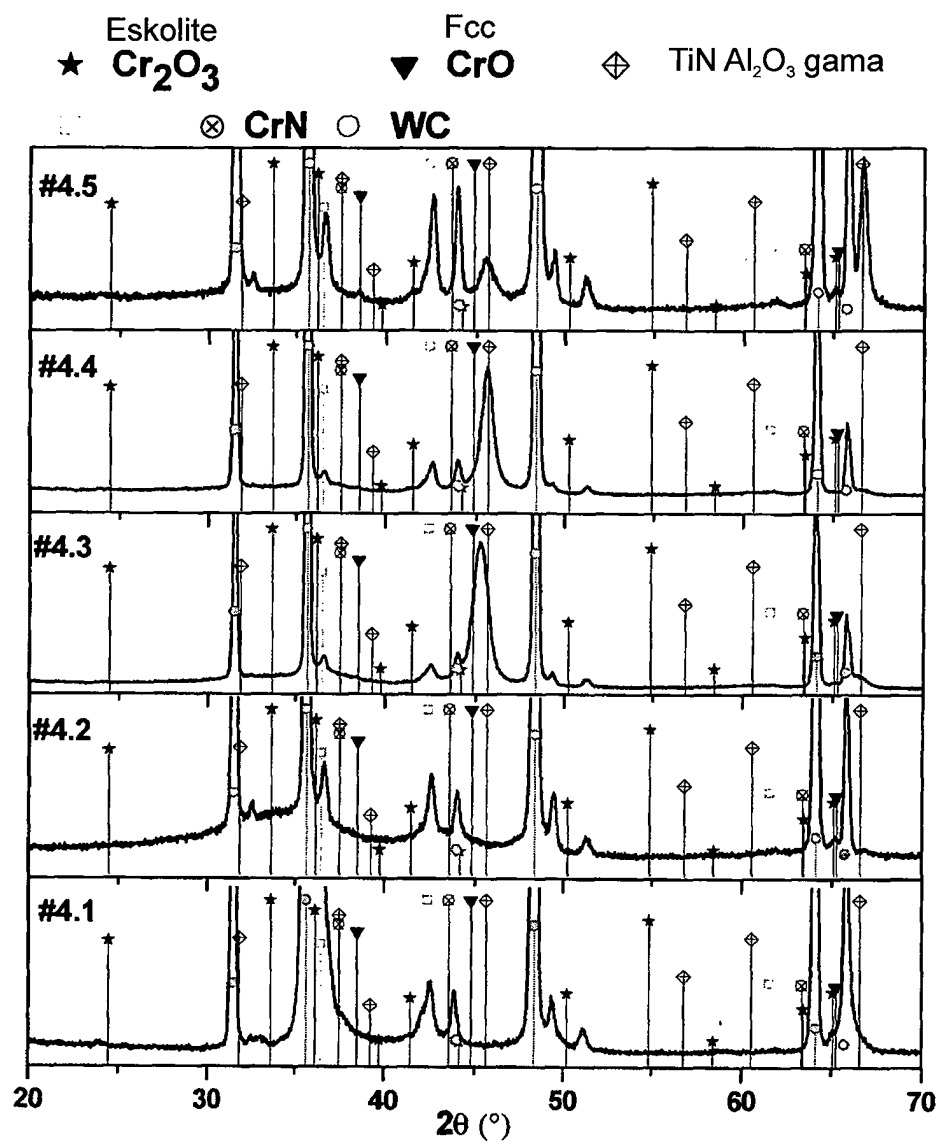


FIG. 4



FIG. 5

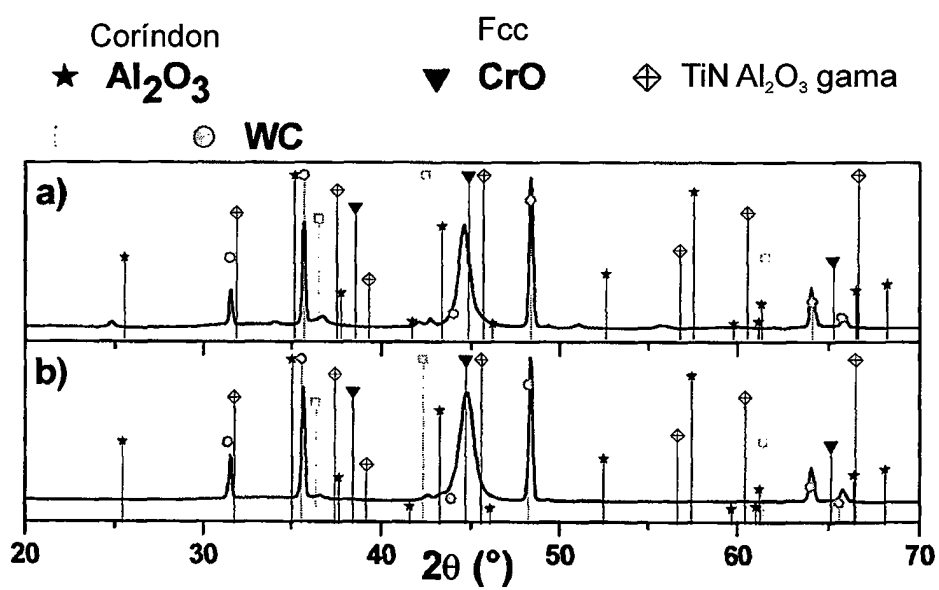


FIG. 6

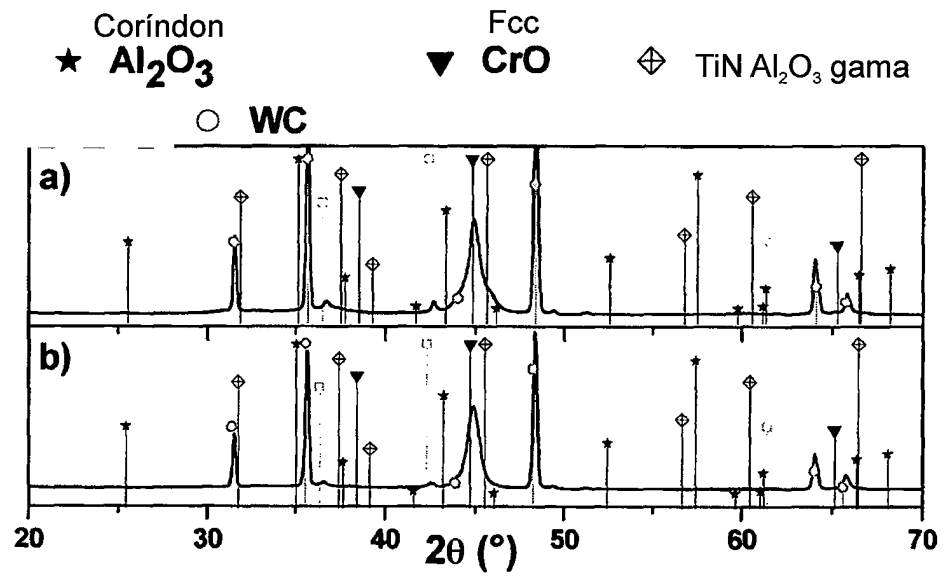


FIG. 7

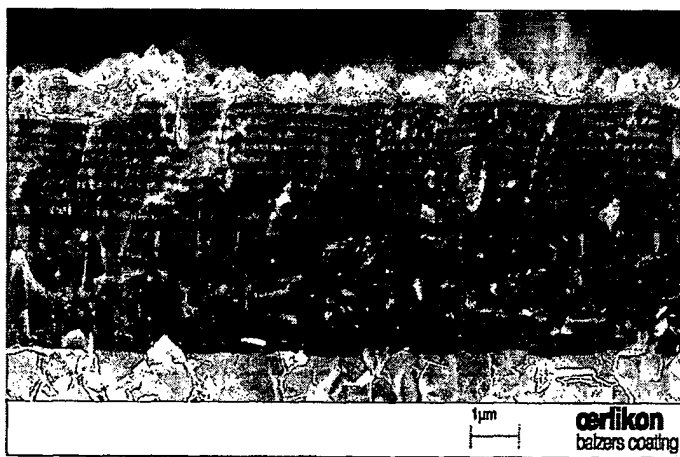


FIG. 8

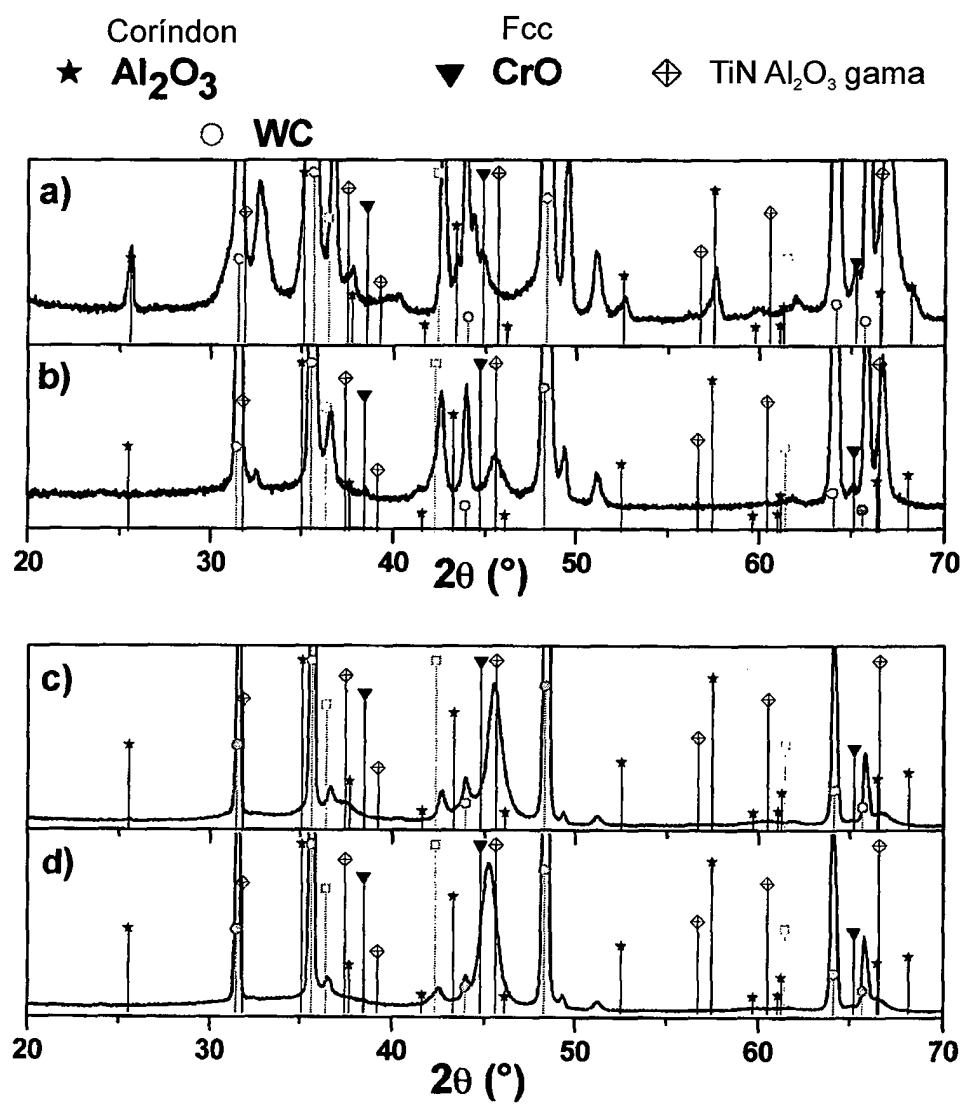


FIG. 9

RESUMO

Patente de Invenção: **"AlCrO CÚBICO DE FASE NÃO-GAMA"**.

A presente invenção refere-se a revestimentos para ferramentas com pelo menos uma camada, compreendendo esta pelo menos uma camada componentes metálicos representados por Al_xCr_{1-x} , em que x é uma proporção atômica que satisfaz $0 \leq x \leq 0,84$ e compreendendo componentes não-metálicos representados por $O_{1-y}Z_y$, onde Z é pelo menos um elemento selecionado do grupo de N, B, C e $0 \leq x \leq 0,65$, preferivelmente $y \leq 0,5$, caracterizado pelo fato de que o revestimento compreende pelo menos parcialmente um Cr cúbico não-gama e fase compreendendo óxido de tal maneira que o padrão por difração por raios X mostre a formação de fase cúbica que não seja a fase cúbica do CrN.