



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 307 851**

51 Int. Cl.:
C23C 30/00 (2006.01)
C23C 16/30 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **03010865 .8**
96 Fecha de presentación : **15.05.2003**
97 Número de publicación de la solicitud: **1365045**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **26.11.2003**

54 Título: **Recubrimiento en TiBN.**

30 Prioridad: **21.05.2002 DE 102 22 347**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.12.2008

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.12.2008

73 Titular/es: **WALTER Aktiengesellschaft**
Derendinger Strasse 53
72072 Tübingen, DE

72 Inventor/es: **Holzschuh, Helga**

74 Agente: **Elzaburu Márquez, Alberto**

ES 2 307 851 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Recubrimiento en TiBN.

5 La invención se refiere a un accesorio de corte o a una herramienta de corte, en especial para la elaboración de piezas de trabajo en la que se forman virutas, así como a un procedimiento para la fabricación de un recubrimiento en capas a proveerse en dicha herramienta de corte.

10 Se conocen recubrimientos de material duro para reducir el desgaste, para disminuir la fricción o para finalidades semejantes, en diversas composiciones y procedimientos de fabricación. En especial, se conocen capas de nitruro de titanio y boro (capas de TiBN). Al respecto, el documento DE 43 43 354 divulga la fabricación de una capa de TiBN en el procedimiento de PVD. La capa de TiBN se forma por evaporación de boruro de titanio por PVD a una temperatura de recubrimiento en capas de aproximadamente 200°C. La separación de boruro de titanio tiene lugar a partir de un plasma de recubrimiento en capas.

15 Es difícil integrar la generación de una capa de TiBN por PVD, en un proceso que genere otras capas en el procedimiento de CVD.

20 Del documento EP 0 732 423 B1 se conocen estructuras de capas que contienen capas de TiBN. Las capas de TiBN están previstas como capas intermedias entre otras capas, para mejorar la adherencia. Las capas se forman a una temperatura de separación de 1000°C en el procedimiento de CVD.

25 Por otra parte, de: Bartsch, Leonhardt, Wolf "Composition Oscillations in Hard Material Layers Deposited from the Vapour Phase", Journal de Physique IV, Colloque C2, suppl. au Journal de Physique II, Vol. 1, septembre 1991, se conoce la formación de una capa de TiBN, consistente en los componentes estratificados TiN_x y TiB_2 . Para la formación de las capas oscilantes se lleva a cabo el recubrimiento en capas en un reactor de paredes frías a una temperatura de 1300 K (aproximadamente 1000°C) en el procedimiento de CVD.

30 Del documento AT 387 988 B se conoce un procedimiento para la producción de recubrimientos multicapas de partes (piezas) de metal duro. El procedimiento se basa en un proceso de CVD, con el que se aplica una capa de metal y nitruro de boro sobre un cuerpo de base de carburo de wolframio. La concentración en boro en la capa de metal y nitruro de boro se mantiene por debajo del valor límite del mismo, presentándose por primera vez además de la fase homogénea de cristales mixtos de nitruro de boro, una fase de diboruro.

35 La misión de la invención es el de indicar un cuerpo de corte que esté provisto de un recubrimiento muy duro. Otra misión de la invención es indicar un procedimiento para la producción de tales capas duras.

40 Esta misión se logra mediante un cuerpo de corte con las características de la reivindicación 1, así como mediante un procedimiento conforme a la reivindicación 17.

El cuerpo de corte conforme a la invención presenta un cuerpo de base con un recubrimiento en capas que está formado por una capa de TiBN, o que contiene una capa de este tipo, que presenta un contenido de boro $\geq 6\%$ at. Una capa de este tipo puede lograr una dureza de más de 4500 HV1000. Además, se comprueba que una capa de este tipo adhiere bien sobre materiales de base que contienen carbono, como el carburo de wolframio, o sobre otras capas fáciles de penetrar por el carbono procedente del material de base. Con ello es posible crear accesorios de corte o herramientas de corte con óptimas propiedades de formación de virutas.

45 Es preferible que la capa de TiBN sea una capa de fase mixta de TiN y TiB_2 . A título de ejemplo, la capa de fase mixta consiste en una redícula básica cúbica de TiN, en la que se hallan incluidos cristales de TiB_2 . Con ello se previenen problemas de adherencia en el revestimiento en capas, debidas a la difusión de carbono procedente de un metal duro como carburo de wolframio. Si el boro se difunde desde la capa separada en el metal duro y si esto lleva a la formación de CoWB, podrá el carbono que se libera ser absorbido por la redícula cúbica de TiN, sin ocasionar problemas de adherencia.

55 La capa de TiBN también puede presentar contenidos en boro tan elevados que es una capa de TiB_2 con cristales de TiN incluidos. Aquí es posible lograr durezas especialmente elevadas.

60 Es preferible que la capa de TiBN esté compuesta de modo que la mitad, o algo más de la mitad, de la proporción de la fase mixta se encuentre presente como TiB_2 , y que la parte restante se encuentre presente como TiN. La proporción de TiN asegura una buena insensibilidad contra el carbono que se difunde, que se moviliza en especial a elevadas temperaturas de recubrimiento en capas.

65 Las capas se separan preferentemente en un procedimiento de CVD. Con ello es posible integrar la capa de TiBN en una estructura de capas, que se genera en su totalidad en el procedimiento de CVD. Pueden utilizarse instalaciones de CVD convencionales. No son necesarios medios para la generación de plasma ni para la evaporación Target. La capa de TiBN puede aplicarse directamente sobre un material de base de carburo de wolframio. La difusión de carbono no afecta la adherencia si la capa aplicada contiene una redícula cúbica de TiN. Además, es posible aplicar la capa de TiBN sobre una capa de óxido de aluminio. En este caso puede servir de capa de cubierta. Los ensayos han demostrado

ES 2 307 851 T3

que una estructura de capas con una capa de cubierta de TiBN sobre óxido de aluminio α en herramientas rotantes para la formación de virutas de colada tiene como efecto una prolongación de la vida útil del 20% con respecto a herramientas de corte con una capa de óxido de aluminio α recubierta de TiN sin recubrimiento en capas de TiBN. Mediante la variación del gas de proceso es posible obtener un recubrimiento de múltiples capas en el que se alternan delgadas capas de TiN con capas de TiBN. Estas capas muestran propiedades superiores en cuanto a la formación de virutas. En especial, tales capas son apenas propensas a la formación de múltiples fisuras paralelas “en forma de peine”. Esto puede atribuirse a la alternación de capas de TiN más blandas con capas de TiBN más duras. Pueden verse hasta 50 capas por μm de espesor de capa.

El procedimiento conforme a la invención es un procedimiento de CVD con una baja temperatura de proceso, de 700°C a 950°C, por ejemplo de 850°C. La atmósfera del proceso contiene precursores para titanio y boro así como nitrógeno y/o compuestos de nitrógeno. En este caso, la velocidad de la separación del nitrato de titanio y boro es más elevada que las velocidades de separación del nitrato de titanio y del borato de titanio individualmente. Esto posibilita la separación por CVD a una temperatura relativa baja. La baja temperatura sólo tiene como consecuencia velocidades de difusión de carbono relativamente bajas, lo que tiene como resultado conferir a la capa un aspecto liso atractivo.

Como precursor de titanio se provee preferentemente TiCl_4 . Como precursor de boro se recurre preferentemente a BCl_3 . Las proporciones de la atmósfera del proceso se establecen preferentemente de 0,9 a 1,5% en volumen de TiCl_4 y de 0,09 a 2,5% en volumen de BCl_3 . El contenido de nitrógeno en la atmósfera del proceso es preferentemente de 14 a 17% en volumen. El resto remanente de la atmósfera del proceso es preferentemente hidrógeno.

Otros detalles de formas de realización ventajosas de la invención resultan de la siguiente descripción así como de las reivindicaciones secundarias. En la única Figura se ha representado un ejemplo de realización especialmente preferido.

Ejemplo 1

Sobre un cuerpo de corte de carburo de wolframio se aplica inicialmente en un proceso de CVD una capa de TiN de por ejemplo 0,5 μm de espesor. Para ello se introduce el cuerpo de corte en un reactor de CVD y se lleva a cabo el correspondiente proceso de CVD. Después de la separación de la capa de TiN se llena el reactor a una temperatura de separación de 850°C con una atmósfera que contiene 1% en volumen de TiCl_4 , 16% en volumen de N_2 , 0,1% en volumen de BCl_3 , siendo el resto H_2 . Se ajusta una presión de proceso de 100 milibares. Después de un proceso de una duración de 15 horas se ha separado una capa de TiBN de 6 μm de un color amarillo latón metálico. La capa de TiBN es una matriz de TiN, en la que se encuentran incluidos cristallitos de TiB_2 . La microdureza puede ser superior a 4.500 HV.

Ejemplo 2

Es posible acrecentar el contenido de boro en la capa de TiBN mediante la elevación del contenido en BCl_3 en la atmósfera del proceso. A título de ejemplo, un cuerpo de corte se provee en un reactor de CVD y en un proceso de CVD inicialmente con una capa de TiN de 0,5 μm de espesor. Seguidamente se regula una atmósfera de proceso con 1% en volumen de TiCl_4 , 16% en volumen de N_2 , 2,5% en volumen de BCl_3 , estando las proporciones porcentuales restantes constituidas por hidrógeno, y bajo una presión de proceso de 100 milibares y una temperatura de separación de 850°C se lleva a cabo un proceso de recubrimiento en capas. Después de tres horas se ha acumulado una capa de TiBN de 6 μm de espesor, de aspecto de plata. La misma consiste en una matriz de TiB_2 en la que se hallan incluidos los cristales o cristallitos de TiN. Si es posible mantener baja la difusión de carbono en la capa de TiBN, se logra una elevada dureza y resistencia al desgaste.

De acuerdo con necesidad es posible regular la presión del proceso en el intervalo de 60 a 950 milibares. La temperatura influye sobre la velocidad de separación. En principio puede utilizarse la franja de temperaturas de 700°C a 1050°C. El contenido de BCl_3 en la atmósfera de proceso se regula entre 0,05 y 5% en volumen.

Ejemplo 3

Para la fabricación de un cuerpo de corte, por ejemplo para el viruteado de acero, se reviste inicialmente el mismo en un reactor de CVD con una capa de TiN de 0,5 μm de espesor. En el segundo paso se aplica una capa de TiCN de 8 μm de espesor de temperatura media (temperatura del proceso = 700 - 900°C). El procedimiento se desarrolla en el mismo reactor. En el tercer paso, en el mismo reactor que en el procedimiento de CVD se aplica una capa de TiAlCN de 0,8 μm de espesor. La misma sirve como capa de vinculación para una capa de Al_2O_3 de 6 μm de espesor, a depositarse sobre la misma en un cuarto paso. Después del desarrollo de estos cuatro pasos de recubrimiento en capas por CVD en un mismo reactor, en un quinto paso se aplica una capa de TiBN de 2 μm de espesor. Bajo una presión de proceso de 300 milibares, una temperatura de separación de 850°C y una atmósfera de proceso con 1% en volumen de TiCl_4 , 16% en volumen de N_2 , 0,1% en volumen de BCl_3 , siendo el resto H_2 , se ha acumulado la capa de 2 μm de espesor en 270 minutos. La capa es una matriz de nitrato de titanio con cristales de TiB_2 incluidos. La capa tiene un aspecto amarillo metálico latón.

ES 2 307 851 T3

Ejemplo 4

Lo mismo que en el ejemplo anteriormente descrito es posible recubrir inicialmente un cuerpo de corte con una capa de TiN de $0,5\ \mu\text{m}$ de espesor, una capa de NT-TiCN de $8\ \mu\text{m}$ de espesor, una capa de vinculación, por ejemplo de TiAlCNO de $8\ \mu\text{m}$, y una capa de óxido de aluminio (Al_2O_3) de $6\ \mu\text{m}$. En el mismo reactor puede aplicarse entonces una capa de TiBN de $2\ \mu\text{m}$ de espesor. Bajo una presión de proceso de 600 milibar y una temperatura de separación de 900°C , así como con una atmósfera de proceso de 1,4% en volumen de TiCl_4 , 15% en volumen de N_2 , 0,15% en volumen de BCl_3 siendo el resto H_2 , resulta una capa de $2\ \mu\text{m}$ de espesor después de 150 minutos de tiempo de la operación del recubrimiento en capas. La capa presenta una tonalidad amarillo claro metálico.

La presión del proceso puede estar establecida entre 60 y 950 milibares. La temperatura de separación puede estar establecida en el intervalo de 700°C a 1050°C . El contenido de BCl_3 en la atmósfera del proceso, es de entre 0,05% en volumen y 5% en volumen.

Como recubrimiento, en especial para cuerpos de corte, se provee una capa de TiBN que es una fase mixta de TiN y TiB_2 . El contenido en boro es $6 \geq \% \text{ At}$. La velocidad de separación es más elevada que la de una capa de TiN, y también más elevada que la de una capa de TiB_2 . Se logran durezas superiores a 4.000 HV.

En la única Figura puede observarse una placa de corte, a modo de recorte, cuya superficie ha sido afilada por un cuerpo de afilado de forma de casquete de esfera. El afilado muestra en la parte derecha inferior de la Figura una región central gris, 1, en el que el material de base (por ejemplo carburo de wolframio) se halla al descubierto. En la región no perturbada 2 (arriba a la izquierda) puede reconocerse la superficie no perturbada consistente en TiBN. En la adyacencia inmediata al sustrato se encuentra una capa de TiBN, 3, con un espesor de aproximadamente $1\ \mu\text{m}$. La capa de cubierta de múltiples capas superpuestas, 4, presenta un espesor de aproximadamente $6\ \mu\text{m}$. Consiste en aproximadamente 30 capas; sobre una capa comparativamente delgada de TiN, 5, se encuentra en cada caso una capa de TiBN, 6, con un espesor triple a quintuplo. Las capas de TiBN, 6, son preferentemente capas de fases mixtas de TiBN y TiB_2 . 50% a 60% de la capa mixta se encuentra presente en forma de diboruro de titanio (TiB_2). Es preferible que las capas de TiN, 5, presenten iguales espesores entre si. También es preferible que las capas de TiBN, 6, tengan iguales espesores. En la medida en que en la Figura los espesores parezcan distintos entre si, cabe atribuir esto al afilado esférico.

En la fabricación de este recubrimiento de múltiples capas es posible mantener la temperatura del sustrato inferior a 900°C . La capa de múltiples capas, 4, presenta una excelente adherencia y una superficie sumamente lisa. La cantidad de capas individuales puede ser superior a 50. La dureza corresponde a la de una capa de TiBN, y tiene un valor de aproximadamente 3.800 HV. Las tensiones propias de la capa son pequeñas, y en especial se muestra una menor propensión a las múltiples fisuras de tipo peine durante el viruteado de aceros duros y tenaces.

REIVINDICACIONES

1. Cuerpo de corte, en especial para la elaboración de piezas de trabajo en la que se forman virutas,

con un cuerpo de base, que presenta un recubrimiento en capas, en donde el recubrimiento en capas contiene por lo menos una capa de TiBN con un contenido en boro superior o igual a 6% at y en donde el recubrimiento en capas se ha generado en un proceso de CVD con temperaturas de 700°C a 950°C, y en donde la capa de TiBN es una capa de fase mixta de solamente TiN y TiB₂.

2. Cuerpo de corte conforme a la reivindicación 1, **caracterizado** porque el contenido en TiB₂ de la capa de fase mixta es de entre 50% en peso y 60% en peso.

3. Cuerpo de corte conforme a la reivindicación 1, **caracterizado** porque la capa de TiBN es una capa de TiN con cristales de TiB₂ incluidos.

4. Cuerpo de corte conforme a la reivindicación 1, **caracterizado** porque la capa de TiBN es una capa de TiB₂ con cristales de TiN incluidos.

5. Cuerpo de corte conforme a la reivindicación 1, **caracterizado** porque la capa de TiBN ha sido aplicada sobre un material de base de WC.

6. Cuerpo de corte conforme a la reivindicación 1, **caracterizado** porque la capa de TiBN está provista como material de cubierta de una estructura de capas.

7. Cuerpo de corte conforme a la reivindicación 1, **caracterizado** porque la capa de TiBN está aplicada sobre una capa de Al₂O₃.

8. Cuerpo de corte conforme a la reivindicación 1, **caracterizado** porque el cuerpo de base está estructurado con un recubrimiento de múltiples capas con la siguiente secuencia de capas: TiN-RiCN-TiAlCNO- α -Al₂O₃-TiBN.

9. Cuerpo de corte conforme a la reivindicación 6, **caracterizado** porque la capa de TiBN es la capa de cubierta.

10. Cuerpo de corte conforme a la reivindicación 1, **caracterizado** porque la capa de TiBN es una capa de múltiples capas, en la que se alternan capas de TiN con capas de TiBN.

11. Cuerpo de corte conforme a la reivindicación 10, **caracterizado** porque el espesor total de la capa de TiBN es a lo sumo de 12 μ m y es preferentemente entre 2 μ m y 5 μ m.

12. Cuerpo de corte conforme a la reivindicación 1, **caracterizado** porque las capas de TiN de la capa de múltiples capas son más delgadas que las capas de TiBN.

13. Cuerpo de corte conforme a la reivindicación 3, **caracterizado** porque el espesor de las capas de TiN es a lo sumo la mitad del espesor de las capas de TiBN.

14. Cuerpo de corte conforme a la reivindicación 1, **caracterizado** porque la capa de múltiples capas presenta a lo sumo 20 capas.

15. Procedimiento para la fabricación de una capa de material duro, en especial para un cuerpo de corte, en el que se posiciona un cuerpo a recubrir en capas en un reactor a una presión de proceso entre 60 y 950 mbar y una temperatura entre 700°C y 950°C, y la atmósfera del proceso contiene precursores para titanio y boro así como nitrógeno y/o compuestos de nitrógeno.

16. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 15, **caracterizado** porque la temperatura del proceso es inferior a 850°C.

17. Procedimiento conforme a la reivindicación 15, **caracterizado** porque la atmósfera del proceso contiene hidrógeno (H₂).

18. Procedimiento conforme a la reivindicación 17, **caracterizado** porque el precursor para titanio es TiCl₄.

19. Procedimiento conforme a la reivindicación 15, **caracterizado** porque el precursor para boro es BCl₃.

20. Procedimiento conforme a la reivindicación 18, **caracterizado** porque la proporción de TiCl₄ en la atmósfera del proceso es de 0,9% en volumen a 1,5% en volumen.

21. Procedimiento conforme a la reivindicación 19, **caracterizado** porque la proporción de BCl₃ en la atmósfera del proceso es de 0,05% en volumen a 5% en volumen.

ES 2 307 851 T3

22. Procedimiento conforme a la reivindicación 19, **caracterizado** porque la proporción de BCl_3 en la atmósfera del proceso es de 0,09% en volumen a 5% en volumen.

5 23. Procedimiento conforme a la reivindicación 15, **caracterizado** porque el contenido de nitrógeno en la atmósfera del proceso es de 14% en volumen a 17% en volumen.

24. Uso de un cuerpo de corte conforme a la reivindicación 1, para el viruteado de materiales de trabajo de acero.

10 25. Uso de un cuerpo de corte de acuerdo con la reivindicación 1, para el viruteado de materiales de trabajo de hierro colado y de material de trabajo de fundición.

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

