

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 433 091**

51 Int. Cl.:

**C23C 28/02** (2006.01)

**C23C 14/06** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **10.05.2006 E 06009688 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.10.2013 EP 1726686**

54 Título: **Miembro con revestimiento duro**

30 Prioridad:

**26.05.2005 JP 2005153630**

**16.11.2005 JP 2005331192**

**16.11.2005 JP 2005331193**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**09.12.2013**

73 Titular/es:

**HITACHI TOOL ENGINEERING LTD. (100.0%)**

**1-13, TOYO-4-CHOME KOTO-KU**

**TOKYO, JP**

72 Inventor/es:

**ISHIKAWA, TAKESHI**

74 Agente/Representante:

**DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto**

**ES 2 433 091 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

Miembro con revestimiento duro

**Campo técnico**

La presente invención se refiere a un miembro con revestimiento duro que no sólo tiene una excelente lubricación y resistencia al desprendimiento del sustrato, sino también una excelente resistencia al agarrotamiento y/o resistencia al desgaste, que es adecuado como miembro que requiere alta dureza, tal como las herramientas de corte, matrices de moldeo, cojinetes, matrices de conformado, rodillos, etc.

**Antecedentes de la invención**

Las herramientas de corte, etc., se suministran con revestimientos duros de una sola capa o multicapas, hechos de carburos, nitruros y carbonitruros de Al, Cr, Ti y Si, u óxidos de Al, etc. para mejorar la dureza, la resistencia al desgaste, la lubricación, la resistencia al agarrotamiento, etc. En particular, como los revestimientos de nitruros de materiales compuestos de Ti y Al (TiAlN) exhiben una excelente resistencia al desgaste, se forman sobre las herramientas de corte de materiales de alta dureza, tales como acero rápido, acero endurecido, etc.

El documento JP 2003-71610A describe una herramienta de corte que tiene un revestimiento multicapas, como un revestimiento duro que tiene una resistencia al desgaste más alta que el TiAlN, que se forma disponiendo alternativamente en forma de láminas, una pluralidad de veces, dos tipos de capas que tienen diferentes composiciones, ambas dentro del intervalo de composiciones representado por  $(Ti_aAl_bCr_c)(C_{1-d}N_d)$ , en la que  $a$ ,  $b$  y  $c$  representan las relaciones atómicas de Ti, Al y Cr, respectivamente, y  $d$  representa la relación atómica de N, que satisface que  $0,02 \leq a \leq 0,30$ ,  $0,55 \leq b \leq 0,765$ ,  $0,006 \leq c$ ;  $a + b + c = 1$ , y  $0,5 \leq d \leq 1$ , ó  $0,02 \leq a \leq 0,175$ ,  $0,765 \leq b$ ,  $4(b - 0,75) \leq c$ ;  $a + b + c = 1$ , y  $0,5 \leq d \leq 1$ . Aunque este revestimiento multicapas tiene una excelente resistencia al desgaste, falla al satisfacer suficientemente la demanda creciente de montaje para proporcionar herramientas de corte con alta resistencia al desgaste y/o resistencia al agarrotamiento.

El documento JP 2004-238736A describe un revestimiento duro formado por un método de deposición iónica por descarga por arco, que tiene una composición que comprende un componente metálico representado por  $Al_xCr_{1-x}$ , en la que  $x$  representa una relación atómica que satisface que  $0,45 \leq x \leq 0,75$ , y un componente no metálico representado por  $N_{1-\alpha-\beta-\gamma}B_\alpha C_\beta O_\gamma$ , en la que  $\alpha$ ,  $\beta$ , y  $\gamma$  representan, respectivamente, relaciones atómicas que satisfacen que  $0 \leq \alpha \leq 0,15$ ,  $0 \leq \beta \leq 0,35$ , y que  $0,01 \leq \gamma \leq 0,25$ , y que el revestimiento duro tiene la máxima intensidad de difracción de rayos X en un plano (200) o un plano (111), y la energía de enlace del Al y/o el Cr y el oxígeno en un intervalo de 525 – 235 eV en espectroscopía electrónica de rayos X. Describe además que un revestimiento duro formado disponiendo en forma de láminas dos capas que tienen diferentes composiciones dentro de los intervalos anteriores tiene no sólo una dureza y resistencia al desgaste mejoradas, sino también una adherencia al sustrato mejorada. Sin embargo, todavía falla al satisfacer suficientemente la creciente demanda de montaje para proporcionar herramientas de corte con resistencia al desgaste y/o resistencia al agarrotamiento más alta.

El documento JP 7-205361A describe un miembro que tiene un revestimiento duro formado disponiendo en forma de láminas al menos un compuesto seleccionado del grupo consistente en nitruros, óxidos, carburos, carbonitruros y boruros de elementos metálicos de los Grupos IVa, Va, y VIa, Al y Si, y un nitruro, un óxido, un carburo, un carbonitruro y/o un boruro de dos tipos de elementos metálicos seleccionados del grupo consistente en elementos metálicos de los Grupos IVa, Va y VIa, Al y Si, en un intervalo de 0,4 – 50 nm hasta un espesor total de 0,5 – 10  $\mu$ m. Aunque este revestimiento duro tiene excelente resistencia al desgaste, todavía falla al satisfacer suficientemente la creciente demanda de montaje para proporcionar herramientas de corte con resistencia al desgaste y/o resistencia al agarrotamiento más alta.

El documento EP-A-0701982 describe una película estratificada, de partículas ultrafinas para revestir herramientas de corte. La película tiene más de dos capas que incluyen carburos y nitruros.

**Objeto de la invención**

Por consiguiente, un objeto de la presente invención es proporcionar un miembro con revestimiento duro que tiene no sólo una excelente lubricación y resistencia al desprendimiento del sustrato, sino también una excelente resistencia al agarrotamiento y/o resistencia al desgaste.

**Descripción de la invención**

Como resultado de las intensas investigaciones, a la vista de los objetos anteriores, se ha descubierto que formando una capa superior de al menos un compuesto de, nitruros, carburos, sulfuros y boruros de Ti, o de Ti y Si, o al menos un compuesto de nitruros, carburos, sulfuros y boruros de Cr, o de Cr y Si, sobre un material laminar que

tiene dos tipos de capas que tienen diferentes composiciones, es posible obtener un revestimiento duro que tiene no sólo excelente lubricación y resistencia al desprendimiento del sustrato, sino también excelente resistencia al agarrotamiento y/o resistencia al desgaste. La presente invención se ha completado basándose en tales hallazgos, y está definida en las reivindicaciones adjuntas.

5

### Descripción de los dibujos

La Figura 1 es una vista esquemática en corte transversal que muestra la estructura en capas de un revestimiento duro, en el miembro con revestimiento duro de la presente invención.

10

La Figura 2 es una vista esquemática que muestra un ejemplo de un aparato para formar el revestimiento duro.

La Figura 3 es una representación gráfica que muestra un modelo de difracción de rayos X del material laminar intermedio de la Muestra 1.

15

La Figura 4 es una fotografía STEM que muestra parte del material laminar intermedio y la capa más alta de la Muestra 1.

20

La Figura 5 es una fotografía que muestra una imagen de difracción de un área seleccionada del material laminar intermedio de la Muestra 1.

25

La Figura 6 es una fotografía obtenida aumentando la fotografía STEM de la Figura 4.

La Figura 7 es una vista esquemática que muestra otro ejemplo de un aparato para formar el revestimiento duro.

30

### Descripción de las realizaciones preferidas

Estructura en capas del revestimiento duro

35

Como se muestra en la Figura 1, el miembro con revestimiento duro de la presente invención tiene una estructura que comprende, sobre un sustrato, un revestimiento duro que comprende una capa más baja, un material laminar intermedio y una capa más alta. El material laminar intermedio tiene una estructura que comprende capas A y capas B, alternativamente dispuestas en láminas, que tienen diferentes composiciones. Es preferible que estas capas se dispongan en láminas de una manera continua sobre la superficie de un sustrato mediante un método de deposición física en fase vapor.

40

La capa más alta funciona para mejorar no sólo la dureza, la resistencia térmica, la lubricación, etc., sino también la resistencia al agarrotamiento y/o la resistencia al desgaste. La capa más baja absorbe la tensión residual del material laminar intermedio y de la capa más alta, impide el desprendimiento y el desgaste anormal, y mejora la resistencia al desgaste. El material laminar intermedio ayuda a la capa más alta a exhibir suficientemente sus propiedades.

45

(1) Composición de la capa más alta

50

La capa más alta tiene una composición diferente a la del material laminar intermedio. El primer miembro con revestimiento duro tiene una capa más alta basada en un carbonitruro, un sulfuro o un boruro que contiene un 50%, o más, de átomos de Ti (de aquí en adelante denominada simplemente "primera capa más alta"), y el segundo miembro con revestimiento duro tiene una capa más alta basada en un carbonitruro, un sulfuro o un boruro que contiene un 50%, o más, de átomos de Cr (de aquí en adelante denominada simplemente "segunda capa más alta").

55

Es preferible que cualquier capa más alta tenga un espesor de 50 nm, o más, para obtener el efecto anterior. La capa más alta contiene preferiblemente oxígeno, de manera que la concentración de oxígeno sea la más alta en un intervalo de profundidad de 100 nm. La inclusión de oxígeno es particularmente eficaz para impedir el agarrotamiento de un material de trabajo a una superficie de revestimiento duro. Por cierto, se puede formar otra capa sobre la capa más alta. Por ejemplo, debido a que la capa más alta de la presente invención es tan grisácea que es difícil discernir a simple vista si se está formado el revestimiento o no, se puede formar una capa de color oscuro tal como una capa de carbono, etc. sobre la capa más alta para identificar la presencia del revestimiento duro.

60

(a) Composición de la primera capa más alta

65

La primera capa más alta está hecha de al menos un compuesto seleccionado del grupo consistente en nitruros, carburos, sulfuros y boruros de Ti, o de Ti y Si, y sus combinaciones, y puede contener varios % de otros elementos inevitablemente introducidos. La primera capa más alta es, preferiblemente, una capa basada en un carbonitruro, un sulfuro o un boruro que contiene un 50%, o más, de átomos de Ti. En una interfaz entre la primera capa más alta y

el material laminar intermedio, sus composiciones, preferiblemente, se difunden mutuamente para mejorar la fuerza adherente. La primera capa más alta proporciona el revestimiento con una dureza mejorada. Suprime además extremadamente el desprendimiento y el desgaste anormal, y mejora la lubricación de todo el revestimiento duro, dando como resultado una extrema mejora en la capacidad de descargar virutas. La primera capa más alta está particularmente indicada como capas de revestimiento para brocas.

(b) Composición de la segunda capa más alta

La segunda capa más alta está hecha de al menos un compuesto seleccionado del grupo consistente en nitruros, carburos, sulfuros y boruros de Cr, o de Cr y Si, y sus combinaciones, y puede contener varios % de otros elementos inevitablemente introducidos. La segunda capa más alta es, preferiblemente, una capa basada en un carbonitruro, un sulfuro o un boruro que contiene un 50%, o más, de átomos de Cr. En una interfaz entre la primera capa más alta y el material laminar intermedio, sus composiciones, preferiblemente, se difunden mutuamente para mejorar la fuerza adherente. La segunda capa más alta mejora la lubricación y la resistencia al agarrotamiento, mientras que mantiene una buena resistencia térmica y resistencia al desgaste. Suprime además extremadamente el desprendimiento y el desgaste anormal, y mejora la lubricación de todo el revestimiento duro, dando como resultado una extrema mejora en la capacidad de descargar virutas. La segunda capa más alta está particularmente indicada como capas de revestimiento para brocas y fresas radiales.

(2) Composición del material laminar intermedio

El material laminar intermedio tiene una estructura que comprende capas A y B alternativamente dispuestas en forma de láminas que tienen diferentes composiciones, y cualquiera de las capas A y de las capas B está hecha de al menos un compuesto seleccionado del grupo consistente en nitruros, boruros, carburos y óxidos de componentes metálicos que tienen composiciones representadas por la fórmula de  $Al_WCr_XTi_YSi_Z$ , en la que W, X, Y, y Z representan, respectivamente los % en átomos de Al, Cr, Ti y Si,  $W + X + Y + Z = 100$ , y estas combinaciones.

El componente metálico de la capa A tiene una composición de  $Al_WCr_XTi_YSi_Z$ , en la que  $W + X + Y + Z = 100$  (% en átomos). Cuando el valor de  $(W + X)$  es inferior a 70, las capas A son insuficientes no sólo en el efecto de mejorar la resistencia térmica, sino también en el endurecimiento por combinación de las capas B. Por cierto, incluso las cantidades más ligeras de Si contribuyen a la mejora de la dureza de las capas A. Con la premisa de satisfacer la condición de que  $70 \leq W + X < 100$ , W satisface preferiblemente que  $30 \leq W \leq 70$ , más preferiblemente  $35 \leq W \leq 70$ , en particular  $45 \leq W \leq 70$ . También, X satisface preferiblemente que  $20 \leq X \leq 60$ , más preferiblemente  $25 \leq X \leq 50$ , en particular  $25 \leq X \leq 35$ . Y y Z satisfacen preferiblemente que  $0 < Y \leq 30$  y  $Z \leq 10$ , más preferiblemente  $2 \leq Y \leq 10$ , y  $Z \leq 5$ .

El componente metálico en las capas B tiene una composición representada por  $Al_WCr_XTi_YSi_Z$ , en la que  $W + X + Y + Z = 100$ , y  $30 \leq Y < 100$  (% en átomos). Cuando el valor de Y es inferior a 30, las capas A tienen baja fuerza adherente con las capas B, dando como resultado un material laminar intermedio con insuficiente dureza. Esto es debido al hecho de que la estructura cristalina del material laminar intermedio tiene una estructura hcp (hexagonal compacta). Por cierto, incluso las cantidades más ligeras de Si contribuyen a la mejora de la dureza de las capas B. Y satisface, preferiblemente, que  $30 \leq Y \leq 95$ , más preferiblemente  $30 \leq Y \leq 90$ . W, X y Z satisfacen preferiblemente que  $0 < W \leq 50$ ,  $0 < X \leq 20$ , y  $Z \leq 20$ , más preferiblemente que  $1 \leq W \leq 50$ ,  $1 \leq X \leq 15$ , y  $Z \leq 10$ .

El espesor de cada capa A, B, es preferiblemente de 0,5 – 100 nm, más preferiblemente 1 – 70 nm, en particular 2 – 50 nm. Con semejante espesor, el material laminar intermedio que contiene Al, Cr y Ti como componentes indispensables está provisto de una alta dureza, que da como resultado una mejora en su fuerza adherente a la capa más baja y a la capa más alta, y el equilibrio de resistencia de todo el revestimiento duro. Cuando cada capa A, B tiene un espesor inferior a 0,5 nm, tiene una baja dureza y lubricación. Por otro lado, cuando cada capa A, B, tiene un espesor de más de 100 nm, el material laminar intermedio no tiene una dureza suficientemente alta. Por cierto, incluso si el material laminar intermedio tiene otras capas con un espesor de 100 nm, o más, además de las capas A y las capas B, el material laminar intermedio puede exhibir las anteriores propiedades.

El material laminar intermedio tiene, preferiblemente, al menos dos picos en la difracción de rayos X, en un intervalo de  $2\theta$  de  $40^\circ$  a  $45^\circ$ . Esto significa que en el material laminar intermedio se forman 2 o más de otras fases que tienen diferentes constantes de red, induciendo por ello una deformación en el material laminar intermedio, y contribuyendo así a aumentar la dureza.

Las capas A y las capas B que constituyen el material laminar intermedio son, preferiblemente, capas en las que al menos se difunden mutuamente Al, Cr y Ti. La mutua difusión mejora la fuerza adherente en las interfaces entre la capa más baja y el material laminar intermedio, entre las capas A y las capas B en el material laminar intermedio, y entre el material laminar intermedio y la capa más alta, dando como resultado el proporcionar un material laminar intermedio con dureza mejorada, y proporcionar el revestimiento duro completo con un equilibrio de resistencia optimizado. La presencia de capas mutuamente difundidas se puede confirmar mediante la observación de la

imagen de la red mediante un microscopio electrónico de transmisión, y el análisis por espectroscopía de rayos X por energía dispersiva (EDS) de cada capa.

5 La red cristalina es, preferiblemente, continua entre las capas A y las capas B, para mejorar la fuerza adherente de las capas A con las capas B y sus resistencias al desgaste. La estructura de red cristalina continua se puede confirmar mediante la observación de la imagen de la red con un microscopio electrónico de transmisión, una imagen de difracción del área seleccionada, o una difracción de haz de electrones de una microárea.

10 El contenido de Si en el material laminar intermedio preferiblemente aumenta a medida que la capa se acerca a la superficie. Esto proporciona el material laminar intermedio con fuerza adherente, dureza y resistencia que cambian en la dirección del espesor, mejorando por ello la resistencia al desgaste del revestimiento duro completo.

### (3) Composición de la capa más baja

15 La capa más baja está hecha preferiblemente de al menos un elemento metálico seleccionado del grupo consistente en nitruros de Al, Cr, Ti y Si. La capa más baja contiene, preferiblemente, 50% en átomos, o más, de Al. La capa más baja que tiene tal composición relaja la tensión del material laminar intermedio de la capa más alta. Preferiblemente hay una difusión mutua en una interfaz entre la capa más baja y el material laminar intermedio. La mutua difusión mejora la fuerza adherente. Puede contener unas cantidades traza de oxígeno, carbono, boro o azufre, como componente no metálico diferente al nitrógeno.

20 Las composiciones de la capa más alta, del material laminar intermedio, y de la capa más baja, se pueden analizar mediante un microanalizador de sonda electrónica (EPMA), un espectroscopio de rayos X por energía dispersiva (EDX), un EDX acoplado a un microscopio electrónico de transmisión, o un espectroscopio electrónico de pérdida de energía (EELS). Para el análisis de la composición de cada capa, se pueden usar análisis tales como una espectrometría de retrodispersión de Rutherford (RBS), un espectroscopio electrónico (XPS), AES, etc.

### (4) Espesor y propiedades de cada capa

#### 30 (a) Espesor de cada capa

El espesor  $T_U$  de la capa más alta es, preferiblemente, de 0,01 – 5  $\mu\text{m}$ . Cuando la capa más alta tiene menos de 0,01  $\mu\text{m}$ , proporciona efectos insuficientes de mejora de la resistencia al agarrotamiento y/o resistencia al desgaste. Por otro lado, cuando la capa más alta tiene más de 5  $\mu\text{m}$ , no se puede obtener un efecto de mejora suficiente de la resistencia al desgaste. El espesor  $T_M$  del material laminar intermedio es, preferiblemente, de 0,1 – 5  $\mu\text{m}$ . Cuando el material laminar intermedio tiene menos de 0,1  $\mu\text{m}$ , no se consigue una fuerza adherente y una resistencia bien equilibrada entre la capa más alta y la capa más baja, fracasando en la suficiente mejora de la resistencia al desgaste. El espesor  $T_L$  de la capa más baja es, preferiblemente, de 0,01 – 3  $\mu\text{m}$ . Cuando la capa más baja tiene menos de 0,01  $\mu\text{m}$ , fracasa al originar la alta dureza de la capa más alta para mejorar suficientemente la resistencia al desgaste. Por otro lado, cuando el espesor de la capa más baja es superior a 3  $\mu\text{m}$ , es probable que el revestimiento duro se desprenda o se desgaste anormalmente. En particular cuando se satisface la relación de  $T_M \geq T_U \geq T_L$ , el efecto de la presente invención se puede exhibir al máximo.

#### 45 (b) Propiedades

La dureza H del material laminar intermedio es, preferiblemente de 30 – 50 GPa, más preferiblemente de 30 – 40 GPa. El módulo E del material laminar intermedio es, preferiblemente, de 450 – 550 GPa. El porcentaje R de recuperación del módulo es, preferiblemente del 28 – 38%, más preferiblemente del 28 – 34%. Cuando el valor de R es inferior al 28%, el revestimiento duro tiene una resistencia al desgaste insuficiente. Por otro lado, cuando el valor de R es superior al 38%, el revestimiento duro tiene pobre resistencia al desprendimiento y es probable que se desgaste anormalmente. Con la dureza H, el módulo E o el porcentaje R de recuperación del módulo dentro del anterior intervalo, el revestimiento duro completo tiene una fuerza adherente, una lubricación y resistencia térmica óptimamente equilibrada, exhibiendo los máximos efectos de la capa más baja y de la capa más alta, siendo por ello eficaz para impedir el desgaste anormal.

55 La dureza H, el módulo E, y el porcentaje R de recuperación del módulo se determinan a partir de la profundidad de contacto medido mediante un método de medida de durezas por nano-penetración y el máximo desplazamiento a la máxima carga (WC. Oliver y G.M. Pharr: J. Mater. Res., Vol. 7, Nº 6, junio de 1992, páginas 1564 – 1583). El porcentaje de recuperación del módulo se define como  $R = 100 - [(profundidad\ del\ contacto)/(desplazamiento\ máximo\ a\ carga\ máxima)]$ . La dureza H es diferente a la habitual dureza de deformación plástica, tal como la dureza Vickers, etc.

60

## Método de revestimiento

La capa más baja, el material laminar intermedio y la capa más alta se forman preferiblemente sobre un sustrato mediante un método de deposición física en fase vapor. Como métodos particularmente preferibles de deposición física en fase vapor están el método de pulverización catódica y deposición iónica por descarga por arco (AIP). Usando estos métodos, se puede formar el revestimiento duro que tiene excelente dureza, fuerza adherente, resistencia al desprendimiento y resistencia al desgaste anormal.

En el anterior método de revestimiento, la capa más baja, el material laminar intermedio y la capa más alta, se forman, preferiblemente, de forma sucesiva, usando un blanco metálico 1 formador de la capa más baja y un blanco metálico 2 formador de la capa más alta. Específicamente, el blanco metálico 1 se descarga primero para formar la capa más baja, y el blanco metálico 1 y el blanco metálico 2 se descargan luego simultáneamente para formar el material laminar intermedio. Finalmente, se detiene la descarga del metal metálico 1, y la capa más alta es formada por el blanco metálico 2. Mediante este método de revestimiento, se puede obtener el miembro con revestimiento duro que tiene excelente resistencia al agrietamiento y/o resistencia al desgaste.

El miembro con revestimiento duro de la presente invención es, preferiblemente, una fresa radial o una broca que tiene un revestimiento duro formado sobre un sustrato de acero rápido, carburo cementado, materiales metalocerámicos, etc. El revestimiento duro mejora notablemente la resistencia al desgaste, dando como resultado una herramienta con un desgaste extremadamente reducido. Debido a que el revestimiento duro mejora particularmente la lubricación, el miembro con revestimiento duro resulta adecuado como broca.

La presente invención se explicará con más detalle haciendo referencia a los Ejemplos que hay más adelante sin intención de restringir el alcance de la presente invención.

## Ejemplo 1

## (1) Aparato AIP

La formación de un revestimiento duro se realizó usando un aparato AIP mostrado en la Figura 2. El aparato AIP comprende una cámara 11 de vacío, pluralidades de evaporadores 4 – 7 de descarga por arco dispuestos sobre la pared interior de la cámara 11 de vacío, y un soporte 8 del sustrato dispuesto sobre el fondo de la cámara 11 de vacío. Los evaporadores 4 – 7 de descarga por arco están aislados de la pared de la cámara 11 de vacío. Cada evaporador 4, 6 de descarga por arco está provisto de un blanco 1 para formar un componente metálico de la capa más baja del revestimiento duro, y cada evaporador 5, 7 de descarga por arco está provisto de un blanco 2 para formar un componente metálico de la capa más alta del revestimiento duro. La descarga por arco se genera sobre los blancos 1 y/o 2 suministrando una corriente predeterminada a cada evaporador 4 – 7 de descarga por arco, para evaporar y ionizar el componente metálico, y los metales se depositaron desde la fase vapor procedente de los blancos 1 y/o 2 sobre un sustrato 9 situado sobre el soporte 8 del sustrato aplicando un voltaje de polarización entre la cámara 11 de vacío y el soporte 8 del sustrato. Se puede hacer girar el sustrato entre 1 – 10 rpm mediante un mecanismo de rotación (no mostrado) montado en el soporte 8 del sustrato. Cuando el sustrato 9 encara el blanco 1, se forma una capa que contiene el componente metálico del blanco 1, y cuando el sustrato 9 encara el blanco 2, se forma una capa que contiene el componente metálico del blanco 2.

La adición de carbono, oxígeno, nitrógeno o boro al revestimiento duro se realizó introduciendo una composición gaseosa que comprende uno o más de una gas CH<sub>4</sub>, un gas C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>, un gas O<sub>2</sub>, un gas CO, un gas N<sub>2</sub>, un gas Ar, etc. en la cámara 11 de vacío durante un paso de revestimiento, de manera que se obtuvo la composición del revestimiento deseado. Por ejemplo, un nitruro que tiene la composición metálica del blanco se puede formar realizando el paso de revestimiento mientras que se introduce gas nitrógeno.

## (2) Pretratamiento del sustrato

Usando como sustrato un carburo cementado que comprende un 13,5%, en masa, de Co, siendo el resto WC y las impurezas inevitables, se produjo un inserto de JIS SNGA432. Después de desengrasar y lavar, se montó el sustrato en el soporte 8 del sustrato, y se calentó a 550°C durante 30 minutos mediante un calentador dispuesto en una cámara 11 de vacío para llevar a cabo un tratamiento de desgasificación. Se introdujo un gas Ar en la cámara 11 de vacío, luego se ionizó mediante un filamento calefactor dispuesto en la cámara 11 de vacío, y se aplicó un voltaje de polarización al sustrato para limpiar la superficie del sustrato mediante iones Ar durante 30 minutos.

## (3) Producción de la Muestra 1

Se usaron blancos metálicos 1, 2, producidos mediante un método de pulvimetalurgia para formar un revestimiento duro de la Muestra 1. Como se muestra en la Figura 2, se acoplaron los blancos 1, 1 formadores de la capa más baja, que tenían una composición de Al<sub>60</sub>Cr<sub>37</sub>Si<sub>3</sub> (% en átomos), a los evaporadores 4 y 6 de descarga por arco, y los

blancos 2, 2 formadores de la capa más alta, que tenían una composición de  $Ti_{100}$ , a los evaporadores 5, 7 de descarga por arco.

(a) Formación de la capa más baja

5 Con una corriente de 25 V, se suministraron 100 A a los evaporadores 4 y 6 que tenían cada uno de ellos el blanco 1, se formó una capa más baja de nitruro, de aproximadamente 200 nm, sobre la superficie del sustrato bajo las condiciones de un voltaje de polarización negativa de 50 V, una presión del gas de reacción, basado en nitrógeno, de 4 Pa, una temperatura del sustrato de 500°C, y una velocidad de rotación del sustrato de 3 rpm. Aunque la  
10 composición del blanco era  $Al_{60}Cr_{37}Si_3$ , la capa depositada desde la fase vapor tenía una composición metálica de  $Al_{57}Cr_{41}Si_2$ .

(b) Formación del material laminar intermedio

15 A medida que pasaba el tiempo, la corriente (25 V) suministrada a los evaporadores 4 y 6, que tenían cada uno de ellos el blanco 1, se cambió gradualmente de 100 A a 60 A, mientras que la corriente (20 V) suministrada a los evaporadores 5 y 7, que tenía cada uno de ellos el blanco 2, se cambió gradualmente de 60 a 100 A. Se aplicó al sustrato un voltaje de polarización por pulsos (voltaje de polarización negativa: 60 V, voltaje de polarización positiva: 10 V, frecuencia: 20 kHz, y una amplitud del 80% sobre el lado negativo y el 20% el lado positivo). La presión del  
20 gas de reacción basado en nitrógeno era de 6 Pa, la temperatura del sustrato era de 525°C, y la velocidad de rotación del sustrato era de 6 rpm. Por eso, se formó el material laminar intermedio de nitruro de aproximadamente 2600 nm sobre la capa más baja.

(c) Formación de la capa más alta

25 Se cortó el suministro de corriente a los evaporadores 4 y 6, que tenían cada uno de ellos el blanco 1, y se formó mediante el blanco 2 una capa más alta de carbonitruro de aproximadamente 200 nm, bajo las condiciones de un voltaje de polarización negativa de 100 V, un voltaje de polarización positiva de 0 V, una frecuencia de 10 kHz, una amplitud del 95% sobre el lado negativo y del 5% sobre el lado positivo, una presión del gas de reacción de 1,5 Pa  
30 ( $N_2$ : 100 sccm (centímetros cúbicos estándar por minuto), Ar: 30 sccm,  $C_2H_2$ : 20 sccm), una temperatura del sustrato de 500°C, y una velocidad de rotación del sustrato de 3 rpm (Muestra 1)

(4) Análisis estructural de la Muestra 1

35 Se midió el espesor, la estructura laminar, la composición y la estructura cristalina del material laminar intermedio en el revestimiento duro de la Muestra 1, mediante los siguientes métodos. El análisis cualitativo de la estructura cristalina se realizó mediante difracción de rayos X sobre un revestimiento duro compuesto únicamente de un material laminar intermedio con el fin de eliminar la influencia de la capa más baja y de la capa más alta. La medida de la difracción de rayos X se realizó usando un aparato de difracción de rayos X (Rotaflex RV-200B, que se puede  
40 conseguir de Rigaku Corporation) con rayos  $CuK\alpha$  como fuente de rayos X, con un voltaje de tubo de 120 kV y una corriente de 40  $\mu A$ , un ángulo de incidencia de 5°, una rendija de incidencia de 0,4 mm, y  $2\theta$  de 30° – 70°. En la Figura 3, se muestra un diagrama de difracción de rayos X. La Figura 3 indica que el material laminar intermedio de la Muestra 1 tenía una estructura fcc (cúbica centrada en las caras) con al menos dos picos en la difracción de rayos X en un intervalo de  $2\theta$  de 40° a 45°. En la Figura 3, el pico 1 es un pico de difracción de los planos (111) de la estructura fcc de las capas B, el pico 2 es un pico de difracción de los planos (111) de las capas A, el pico 3 es un  
45 pico de difracción de los planos (200) de las capas B, y el pico 4 es el pico de difracción de los planos (200) de las capas A. Los picos de difracción del sustrato están indicados como "sustrato".

50 El análisis de la estructura en capas del revestimiento duro se realizó mediante un microscopio electrónico de transmisión (TEM). La muestra usada en la observación con TEM se produjo uniendo la Muestra 1 a un sustrato simulado con una resina epoxídica, cortándola, uniéndola un anillo de refuerzo, realizando desbaste, pulido cóncavo en la zona central y adelgazamiento iónico con iones Ar. En una región en la que la Muestra 1 era tan gruesa como una capa atómica, se realizó la observación estructural, la observación de la imagen de la red, el análisis espectroscópico de rayos X por energía dispersiva (EDXS) de una microárea (1 nm  $\phi$ ), y la medida de difracción del  
55 haz de electrones de una microárea (1 nm  $\phi$ ) para determinar la estructura en las capas del revestimiento duro. Se realizó la observación estructura usando un microscopio electrónico de transmisión de emisión de campo (JEM-2010F, que se puede conseguir de JEOL Ltd.), con un voltaje de aceleración de 200 kV. El análisis EDS de la microárea se realizó usando un detector semiconductor UTW Si(Li) acoplado al aparato, que se puede conseguir de Noran Instrument. Por eso, la composición del material laminar se determinó en el orden de nanómetros. Debido al  
60 uso de una sonda electrónica que tenía una semianchura de 1 nm, el análisis EDS de la microárea fue capaz de determinar cuantitativamente la composición en un espesor de 2 nm o más. La precisión de la medida estaba sustancialmente dentro del 2%.

65 La identificación de la estructura cristalina del material laminar se realizó mediante la difracción de haz de electrones en una microárea, en una longitud de cámara de 50 cm y un diámetro de haz de 1 nm. Se observó el corte

transversal del material laminar intermedio de la Muestra 1 mediante un microscopio electrónico de barrido y transmisión (STEM). Los resultados se muestran en la Figura 4. El material laminar intermedio de la Muestra 1 tenía una estructura laminar del orden de nanómetros, teniendo cada capa un espesor de aproximadamente 0,5 – 100 nm.

- 5 En la Figura 5 se muestra una imagen de difracción de 1250 nm  $\phi$  de un área seleccionada del material laminar intermedio de la Figura 4. El material laminar intermedio de la Muestra 1 tenía anillo debido a dos tipos de constantes de red, como resultado de la difracción de rayos X. El hecho de que las distribuciones de las intensidades eran las mismas en cada anillo indica que las partículas del cristal estaban alineadas, y que la red era continua en la dirección del espesor. La Figura 6 es una vista aumentada de la Figura 4. Los resultados del análisis de la composición por EDS en las posiciones 1 – 5 se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1

Posición del análisis en la Figura 6	Composición (% en átomos)				Tipo de capa
	Al	Si	Ti	Cr	
1	62,65	3,25	4,46	29,6	Capa A
2	6,21	1,52	86,09	6,18	Capa B
3	61,22	2,00	2,68	33,30	Capa A
4	1,58	1,59	94,93	1,09	Capa B
5	0,93	2,51	95,43	1,14	Capa B

- 15 Está claro que las posiciones 1 y 3 de la Figura 6 están en la misma capa, y que las posiciones 2, 4 y 5 también están en la misma capa. La Tabla 1 indica que el contenido de Al (% en átomos) de la Muestra 1 era del 61,22 – 62,65% en las capa A y del 0,93 – 6,21 en las capas B, por 100% del componente metálico. Debido a que la deposición en fase vapor se realiza mientras que el sustrato está girando, es de suponer que se forma un nitruro de  $Al_{60}Cr_{37}Si_3$  cuando el blanco de  $Al_{60}Cr_{37}Si_3$  está próximo al sustrato, y que el nitruro de  $Ti_{100}$  se forma cuando el blanco de  $Ti_{100}$  está próximo al sustrato. Sin embargo, se formó realmente una capa mixta de un componente del blanco de  $Al_{60}Cr_{37}Si_3$  y un componente del blanco de  $Ti_{100}$ . Esto parece ser debido al hecho de que cuando capas de de revestimiento con espesores de varios nanómetros se dispusieron en láminas, los componentes metálicos se difundieron mutuamente entre ellas. Se considera que esta difusión mutua aumenta la fuerza de unión entre las capas, proporcionando el revestimiento duro con excelente resistencia al desgaste.

25 (5) Producción de las Muestras 2 – 38

- Las Muestras 2 – 38 se produjeron de la misma manera que la Muestra 1, excepto por usar diversos blancos mostrados en la Tabla 2. Las Muestras 3 – 15, 19, 20 y 23 son Ejemplos, las Muestras 24 – 28 son Ejemplos comparativos, y las Muestras 2, 16 – 18, 21, 22, y 29 – 38 son Ejemplos convencionales. El revestimiento duro de cada Muestra se evaluó como antes. Los resultados se muestran en la Tabla 3.

- 35 La Tabla 2 muestra las composiciones de los blancos montados en los evaporadores 4 – 7. Con respecto a cada Muestra, la Tabla 3 muestra (a) la composición y el espesor de la capa más baja, (b) las composiciones de las capas A y B, las composiciones de otras capas, si hay alguna, el espesor de cada capa, la presencia o ausencia de difusión mutua, la continuidad de la red, el número de picos en el intervalo de  $2\theta$  de  $40^\circ$  –  $45^\circ$ , el espesor total, la dureza, el módulo, el porcentaje de recuperación del módulo en el material laminar intermedio, y (c) la composición y el espesor de la capa más alta. La composición de cada capa en el material laminar intermedio se determinó mediante TEM – EDS, de la misma manera que en la Muestra 1. El espesor se determinó a partir de una imagen transversal de STEM. La dureza, el módulo y el porcentaje de recuperación del módulo del material laminar intermedio se obtuvieron promediando 10 valores medidos sobre el corte transversal (pulido especular en una dirección de  $5^\circ$ ) de cada muestra mediante nano-penetración, bajo las condiciones de una carga de empuje de 49 mN y un tiempo de mantenimiento de la carga de 1 segundo.



Tabla 2

Número de Muestra	Composición del blanco (% en átomos)		
	Blancos 4, 6	Blanco 5	Blanco 7
1	Al60-Cr37-Si3	Ti	Ti
2 <sup>(2)</sup>	Al70-Cr30	Ti	Ti
3	Al60-Cr37-Si3	Ti	Ti
4	Al60-Cr37-Si3	Ti75-Si25	Ti75-Si25
5	Al60-Cr37-Si3	Ti	Ti75-Si25
6	Al60-Cr37-Si3	Ti	MoS <sub>2</sub>
7	Al60-Cr37-Si3	Ti	Ti
8	Al55-Cr37-Si3	Ti95-B5	Ti
9	Al60-Cr37-Si3	Ti95-B5	Ti95-B5
10	Al50-Cr47-Si3	Ti	Ti
11	Al60-Cr37-Si3	Ti	Ti
12	Al60-Cr37-Si3	Ti	Ti80-Si20
13	Al60-Cr37-Si3	Ti75-Si25	Ti75-Si25
14	Al60-Cr37-Si3	Ti	Ti
15	Al60-Cr37-Si3	Ti	Ti
16 <sup>(2)</sup>	Al40-Cr60	Ti	Ti
17 <sup>(2)</sup>	Al40-Cr60	Ti	Ti
18 <sup>(2)</sup>	Al40-Cr60	Ti	Ti
19	Al60-Cr37-Si3	Ti	Ti
20	Al60-Cr37-Si3	Ti	Ti
21 <sup>(2)</sup>	Al60-Cr37-Si3	Ti45-Al55	Ti75-Si25
22 <sup>(2)</sup>	Al60-Cr37-Si3	Ti50-Al50	Ti75-Si25
23	Al60-Cr37-Si3	Ti75-Al25	Ti75-Si25
24 <sup>(1)</sup>	Al40-Cr30-Si30	Ti	Ti
25 <sup>(1)</sup>	Al60-Cr37-Si3	Ti	Ti
26 <sup>(1)</sup>	Al20-Cr77-Si3	Ti80-Al20	Ti80-Al20
27 <sup>(1)</sup>	Al60-Cr37-Si3	Zr75-Si25	Zr75-Si25
28 <sup>(1)</sup>	Al60-Cr37-Si3	Ti	Ti
29 <sup>(2)</sup>	Ti	Ti50-Al50	Ti50-Al50
30 <sup>(2)</sup>	Ti50-Al50	-	-
31 <sup>(2)</sup>	Al60-Cr35-Si5	-	-
32 <sup>(2)</sup>	Al60-Cr40	-	-
33 <sup>(2)</sup>	Al70-Cr30	-	-
34 <sup>(2)</sup>	Al70-Cr20-Ti10	-	-
35 <sup>(2)</sup>	Al60-Cr25-Ti10-Si5	-	-
36 <sup>(2)</sup>	Al90-Cr10	Cr90-Al10	Cr90-Al10
37 <sup>(2)</sup>	Al50-Cr50	Ti50-Al50	Ti50-Al50
38 <sup>(2)</sup>	Ti90-Al10	Al90-Ti10	Al90-Ti10

Nota: (1) Ejemplo comparativo  
(2) Ejemplo convencional

Tabla 3

Número de Muestra	Capa más baja	
	Composición (% en átomos)	Espesor (nm)
1	(Al57-Cr41-Si2)N	200
2 <sup>(2)</sup>	(Al66-Cr34)N	200
3	(Al57-Cr41-Si2)N	200
4	(Al55-Cr43-Si2)N	200
5	(Al57-Cr41-Si2)N	200
6	(Al57-Cr41-Si2)N	200
7	(Al57-Cr41-Si2)N	200
8	(Al57-Cr41-Si2)N	200
9	(Al57-Cr41-Si2)N	200
10	(Al47-Cr51-Si2)N	200
11	(Al57-Cr41-Si2)N	200
12	(Al57-Cr41-Si2)N	200
13	(Al57-Cr41-Si2)N	200
14	(Al57-Cr41-Si2)N	200
15	(Al57-Cr41-Si2)N	1500
16 <sup>(2)</sup>	(Al36-Cr64)N	200
17 <sup>(2)</sup>	(Al36-Cr64)N	200
18 <sup>(2)</sup>	(Al36-Cr64)N	200
19	(Al57-Cr41-Si2)N	200
20	(Al57-Cr41-Si2)N	200
21 <sup>(2)</sup>	(Al52-Ti48)N	1000
22 <sup>(2)</sup>	(Ti52-Al48)N	1000
23	(Ti78-Al22)N	1000
24 <sup>(1)</sup>	(Al36-Cr40-Si24)N	200
25 <sup>(1)</sup>	(Al57-Cr41-Si2)N	200
26 <sup>(1)</sup>	(Al17-Cr82-Si1)N	200
27 <sup>(1)</sup>	(Al57-Cr41-Si2)N	200
28 <sup>(1)</sup>	(Al57-Cr41-Si2)N	200
29 <sup>(2)</sup>	(Ti)N	500
30 <sup>(2)</sup>	(Ti53-Al47)N	-
31 <sup>(2)</sup>	(Al56-Cr42-Si2)(N98-O2)	-
32 <sup>(2)</sup>	(Al56-Cr44)(N98-O2)	-
33 <sup>(2)</sup>	(Al66-Cr34)N	-
34 <sup>(2)</sup>	(Al66-Cr23-Ti10)N	-
35 <sup>(2)</sup>	(Al58-Cr35-Ti15-Si2)N	-
36 <sup>(2)</sup>	-	-
37 <sup>(2)</sup>	-	-
38 <sup>(2)</sup>	-	-

Nota: (1) Ejemplo comparativo  
(2) Ejemplo convencional

Tabla 3 (continuación)

Número de Muestra	Material laminar intermedio		
	Capa A (% en átomos)	Capa B (% en átomos)	Espesor de cada capa (nm)
1	(Al63-Cr30-Ti4-Si3)N	(Al6-Cr6-Ti86-Si2)N	10 – 40
2 <sup>(2)</sup>	(Al6-Cr33-Ti4)N	(Al6-Cr4-Ti90)N	10 – 40
3	(Al63-Cr30-Ti4-Si3)N	(Al6-Cr6-Ti86-Si2)N	0,5 – 10
4	(Al53-Cr37-Ti6-Si4)N	(Al6-Cr5-Ti72-Si17)N	10 – 40
5	(Al63-Cr30-Ti4-Si3)N	(Al6-Cr6-Ti86-Si2)N	10 – 40
6	(Al63-Cr30-Ti4-Si3)N	(Al6-Cr6-Ti86-Si2)N	10 – 40
7	(Al63-Cr30-Ti4-Si3)NO	(Al6-Cr6-Ti86-Si2)NO	10 – 40
8	(Al63-Cr30-Ti4-Si3)NB	(Al6-Cr6-Ti86-Si2)NB	10 – 40
9	(Al63-Cr30-Ti4-Si3)NB	(Al6-Cr6-Ti86-Si2)NB	10 – 40
10	(Al53-Cr30-Ti4-Si3)N	(Al6-Cr6-Ti86-Si2)N	10 – 40
11	(Al63-Cr30-Ti4-Si3)N	(Al6-Cr6-Ti86-Si2)N	10 – 40
12	(Al63-Cr30-Ti4-Si3)N	(Al6-Cr6-Ti86-Si2)N	10 – 40
13	(Al53-Cr37-Ti6-Si4)N <sup>(3)</sup>	(Al6-Cr5-Ti72-Si17)N <sup>(3)</sup>	10 – 40
14	(Al63-Cr30-Ti4-Si3)N	(Al6-Cr6-Ti86-Si2)N	10 – 40
15	(Al63-Cr30-Ti4-Si3)N	(Al6-Cr6-Ti86-Si2)N	10 – 40
16 <sup>(2)</sup>	(Al43-Cr50-Ti7)N	(Al3-Cr9-Ti91)N	10 – 40
17 <sup>(2)</sup>	(Al38-Cr55-Ti7)N	(Al2-Cr3-Ti95)N	10 – 40
18 <sup>(2)</sup>	(Al38-Cr55-Ti7)N	(Al3-Cr2-Ti95)N	10 – 40
19	(Al63-Cr30-Ti4-Si3)N	(Al6-Cr6-Ti86-Si2)N	10 – 40
20	(Al63-Cr30-Ti4-Si3)N	(Al6-Cr6-Ti86-Si2)N	10 – 40
21 <sup>(2)</sup>	(Al59-Cr28-Ti12-Si1)N	(Al54-Cr13-Ti32-Si1)N	10 – 40
22 <sup>(2)</sup>	(Al57-Cr28-Ti14-Si1)N	(Al52-Cr8-Ti38-Si1)N	10 – 40
23	(Al51-Cr27-Ti21-Si1)N	(Al31-Cr6-Ti62-Si1)N	10 – 40
24 <sup>(1)</sup>	(Al35-Cr35-Ti10-Si20)N	(Al16-Cr5-Ti82-Si7)N	10 – 40
25 <sup>(1)</sup>	(Al57-Cr41-Si2)N	TiN	105 – 150
26 <sup>(1)</sup>	(Al15-Cr80-Ti4-Si1)N	(Al16-Cr22-Ti70-Si2)N	10 – 40
27 <sup>(1)</sup>	(Al57-Cr35-Zr5-Si3)N	(Al38-Cr12-Zr48-Si2)N	10 – 40
28 <sup>(1)</sup>	(Al63-Cr30-Ti4-Si3)N	(Al16-Cr6-Ti86-Si2)N	10 – 40
29 <sup>(2)</sup>	(Ti53-Al47)N	-	-
30 <sup>(2)</sup>	-	-	-
31 <sup>(2)</sup>	-	-	-
32 <sup>(2)</sup>	-	-	-
33 <sup>(2)</sup>	-	-	-
34 <sup>(2)</sup>	-	-	-
35 <sup>(2)</sup>	-	-	-
36 <sup>(2)</sup>	(Cr95-Al5)N	(Al85-Cr15)N	10 – 40
37 <sup>(2)</sup>	(Ti53-Al47)N	(Cr55-Al45)N	10 – 40
38 <sup>(2)</sup>	(Ti95-Al15)N	(Ti85-Al15)N	10 – 40

Nota: (1) Ejemplo comparativo  
(2) Ejemplo convencional  
(3) El material laminar intermedio tenía un contenido de Si que cambiaba en la dirección del espesor

Tabla 3 (continuación)

Número de Muestra	Material laminar intermedio				
	Difusión mutua	Continuidad de la red	Número de picos en 40° – 45°	Espesor total (nm)	Dureza (GPa)
1	Si	Si	2	2600	36
2	Si	Si	2	2600	33
3	Si	Si	2	2600	39
4	Si	Si	2	2600	36
5	Si	Si	2	2600	36
6	Si	Si	2	2600	36
7	Si	Si	2	2600	38
8	Si	Si	2	2600	39
9	Si	Si	2	2600	39
10	Si	Si	2	2600	32
11	Si	Si	2	2600	36
12	Si	Si	2	2600	36
13	Si	Si	2	2600	36
14	Si	Si	2	1300	36
15	Si	Si	2	1000	36
16 <sup>(2)</sup>	Si	Si	2	2600	28
17 <sup>(2)</sup>	Si	Si	2	2600	30
18 <sup>(2)</sup>	Si	Si	2	2600	30
19	Si	Si	2	2600	36
20	Si	Si	2	2600	36
21 <sup>(2)</sup>	Si	Si	2	1000	36
22 <sup>(2)</sup>	Si	Si	2	1000	36
23	Si	Si	2	1000	32
24 <sup>(1)</sup>	Si	Si	2	2600	26
25 <sup>(1)</sup>	No	No	2	2600	26
26 <sup>(1)</sup>	Si	Si	1	2600	26
27 <sup>(1)</sup>	Si	Si	2	2600	29
28 <sup>(1)</sup>	Si	Si	2	2600	36
29 <sup>(2)</sup>	-	-	-	2500	-
30 <sup>(2)</sup>	-	-	-	3000	-
31 <sup>(2)</sup>	-	-	-	3000	-
32 <sup>(2)</sup>	-	-	-	3000	-
33 <sup>(2)</sup>	-	-	-	3000	-
34 <sup>(2)</sup>	-	-	-	3000	-
35 <sup>(2)</sup>	-	-	-	3000	-
36 <sup>(2)</sup>	No	-	-	3000	-
37 <sup>(2)</sup>	No	-	-	3000	-
38 <sup>(2)</sup>	No	-	-	3000	-

Nota: (1) Ejemplo comparativo  
(2) Ejemplo convencional

Tabla 3 (continuación)

Número de Muestra	Material laminar intermedio		Capa más alta	
	Módulo (GPa)	Porcentaje de recuperación del módulo (%)	Composición (% en átomos)	Espesor (nm)
1	490	32	Ti(CN)	200
2 <sup>(2)</sup>	500	30	Ti(CN)	200
3	470	34	Ti(CN)	200
4	490	32	(Ti78-Si22)N	200
5	490	32	(Ti78-Si22)N	200
6	490	32	Ti(CN)/MoS <sub>2</sub>	200 <sup>(4)</sup>
7	470	34	Ti(CN)	200
8	490	34	Ti(CN)	200
9	500	32	Ti(CNB)	200
10	500	31	Ti(CN)	200
11	490	32	TiN	200
12	490	32	(Ti84-Si16)N	200
13	490	32	(Ti78-Si22)N	200
14	490	32	Ti(CN)	1500
15	490	32	Ti(CN)	500
16 <sup>(2)</sup>	510	28	Ti(CN)	200
17 <sup>(2)</sup>	560	28	Ti(CN)	200
18 <sup>(2)</sup>	520	27	Ti(CN)	200
19	490	32	Ti(CNO)	200 <sup>(5)</sup>
20 <sup>(6)</sup>	490	32	Ti(CN)	200
21 <sup>(7)</sup>	480	34	(Ti84-Si16)N	1000
22 <sup>(7)</sup>	470	34	(Ti84-Si16)N	1000
23 <sup>(7)</sup>	510	32	(Ti84-Si16)N	1000
24 <sup>(1)</sup>	460	35	Ti(CN)	200
25 <sup>(1)</sup>	540	27	Ti(CN)	200
26 <sup>(1)</sup>	510	29	Ti(CN)	200
27 <sup>(1)</sup>	530	28	(Zr78-Si22)N	200
28 <sup>(1)</sup>	490	32	-	-
29 <sup>(2)</sup>	-	-	-	-
30 <sup>(2)</sup>	-	-	-	-
31 <sup>(2)</sup>	-	-	-	-
32 <sup>(2)</sup>	-	-	-	-
33 <sup>(2)</sup>	-	-	-	-
34 <sup>(2)</sup>	-	-	-	-
35 <sup>(2)</sup>	-	-	-	-
36 <sup>(2)</sup>	-	-	-	-
37 <sup>(2)</sup>	-	-	-	-
38 <sup>(2)</sup>	-	-	-	-

Nota: (1) Ejemplo comparativo  
 (2) Ejemplo convencional  
 (4) Se dispuso en forma de lámina una capa de Ti(CN) de 50 nm de espesor sobre una capa de Ti(CN)/Mo<sub>2</sub> de 150 nm de espesor formada por pulverización catódica y AIP.  
 (5) Hubo una alta concentración de oxígeno sobre la superficie  
 (6) El revestimiento duro se formó mediante pulverización catódica.  
 (7) Se cambió la temperatura del sustrato.

5

10

Ejemplo 2

Se formó un revestimiento duro, correspondiente a cada Muestra 1 – 38 del Ejemplo 1, sobre un sustrato de 6 mm de diámetro, broca de acero rápido (evaluación de corte 1), y sobre un sustrato de una fresa radial de bola, de carburo cementado, de dos filos (evaluación de corte 2), respectivamente, y se evaluó su comportamiento de corte bajo las siguientes condiciones. Las condiciones de formación de las capas de cada experimento fueron las mismas que en el Ejemplo 1, a no ser que se describa concretamente otra cosa, y los números de los experimentos corresponden a los números de las muestras del Ejemplo 1. Los resultados de la evaluación se muestran en la Tabla 4.

(a) Condiciones de la evaluación del corte 1

Pieza que se va a trabajar: SCM440 (HRC 30),  
Velocidad de rotación de la herramienta: 3200 rpm,  
Avance por cada rotación: 0,15 mm,  
Profundidad del corte: 15 mm, orificio no penetrante,  
Método de corte: usando un líquido acuoso de corte suministrado externamente, y  
Determinación de la vida útil: contando el número de orificios taladrados hasta que se hizo imposible taladrar más (se omitieron menos de 100 orificios).

(b) Condiciones de la evaluación del corte 2

Pieza que se va a trabajar: acero inoxidable martensítico (HRC 52),  
Velocidad de rotación de la herramienta: 20.000 rpm,  
Avance del tablero; 4.000 m/minuto,  
Profundidad del corte: 0,4 mm en dirección longitudinal y 0,2 mm de avance  
Método de corte: corte en seco, y  
Determinación de la vida útil: La longitud del corte hasta que el máximo desgaste llego a ser de 0,1 mm (se omitieron menos de 10 m)

Tabla 4

Número del Experimento	Evaluación del corte 1	Evaluación del corte 2	Condiciones de formación de las capas
	Número de orificios taladrados	Longitud del corte (m)	
1	1200	520	Las mismas que en la Muestra 1
2	1000	420	Las mismas que en la Muestra 2
3	1800	580	Las mismas que en la Muestra 3
4	1400	540	Las mismas que en la Muestra 4
5	2100	750	Las mismas que en la Muestra 5
6	1900	460	Las mismas que en la Muestra 6
7	1800	580	Las mismas que en la Muestra 7
8	1800	570	Las mismas que en la Muestra 8
9	1800	540	Las mismas que en la Muestra 9
10	1200	420	Las mismas que en la Muestra 10
11	1000	380	Las mismas que en la Muestra 11
12	2200	720	Las mismas que en la Muestra 12
13	1600	840	Las mismas que en la Muestra 13
14	800	340	Las mismas que en la Muestra 14
15	1000	420	Las mismas que en la Muestra 15
16	800	320	Las mismas que en la Muestra 16
17	800	340	Las mismas que en la Muestra 17
18	800	340	Las mismas que en la Muestra 18
19	1600	580	Las mismas que en la Muestra 19
20	1400	620	Las mismas que en la Muestra 20
21	2400	640	Las mismas que en la Muestra 21
22	2300	560	Las mismas que en la Muestra 22
23	1900	550	Las mismas que en la Muestra 23
24 <sup>(1)</sup>	500	100	Las mismas que en la Muestra 24
25 <sup>(1)</sup>	400	80	Las mismas que en la Muestra 25
26 <sup>(1)</sup>	300	80	Las mismas que en la Muestra 26
27 <sup>(1)</sup>	<100	50	Las mismas que en la Muestra 27
28 <sup>(1)</sup>	<100	50	Las mismas que en la Muestra 28
29 <sup>(2)</sup>	300	50	Las mismas que en la Muestra 29
30 <sup>(2)</sup>	200	30	Las mismas que en la Muestra 30
31 <sup>(2)</sup>	<100	80	Las mismas que en la Muestra 31
32 <sup>(2)</sup>	<100	50	Las mismas que en la Muestra 32
33 <sup>(2)</sup>	<100	70	Las mismas que en la Muestra 33
34 <sup>(2)</sup>	300	70	Las mismas que en la Muestra 34
35 <sup>(2)</sup>	300	90	Las mismas que en la Muestra 35
36 <sup>(2)</sup>	<100	30	Las mismas que en la Muestra 36
37 <sup>(2)</sup>	100	30	Las mismas que en la Muestra 37
38 <sup>(2)</sup>	200	50	Las mismas que en la Muestra 38

Nota: (1) Ejemplo comparativo  
(2) Ejemplo convencional

Como se muestra en la Tabla 4, la comparación de las herramientas de corte de los Experimentos 1 y 2 (que tiene cada una un revestimiento duro formado bajo las condiciones de formación de las capas de las Muestras 1 y 2) reveló que la Muestra 1 producida usando un blanco de AlCrSi y un blanco de Ti, tenía una vida útil de corte más larga y, por eso, mejor resistencia al desgaste que las de la Muestra 2, producida usando un blanco de AlCr y un blanco de Ti. Aunque la herramienta de corte del Experimento 3 tenía la misma composición que la del Experimento 1, la primera tenía un material laminar intermedio de alta dureza porque cada capa en el material laminar intermedio tenía 0,5 – 10 nm de espesor, dando como resultado una excelente vida útil de corte. La herramienta de corte del Experimento 4, producida usando un blanco de AlCrSi y un blanco de Ti, tenía una vida útil de corte más larga que la del Experimento 1. La herramienta de corte del Experimento 5, que tenía un material laminar intermedio formado por un blanco de AlCrSi y un blanco de Ti, y una capa más alta formada por un blanco de TiSi, tenía una excelente resistencia al desgaste.

La herramienta de corte del Experimento 6 tenía un capa más alta de Ti(CN) de 50 nm de espesor, formada sobre un material laminar (150 nm de espesor) de capas de Ti(CN) y capas de MoS<sub>2</sub>, que tenía, cada una, un espesor del orden de nanómetros, que se formaron operando simultáneamente un evaporador de pulverización catódica y un evaporador AIP. La herramienta de corte del Experimento 6 era particularmente adecuada para taladrar. La herramienta de corte del Experimento 7, que contiene oxígeno en un material laminar intermedio, tenía una excelente resistencia al desgaste. Esto parece ser debido al hecho de que el oxígeno funcionó eficazmente para mejorar la dureza del material laminar intermedio y la adherencia de las capas. La herramienta de corte del Experimento 8 que contenía boro en el material laminar intermedio, tenía una excelente vida útil de corte debido, en particular, a que el material laminar intermedio se endureció. La herramienta de corte del Experimento 9 que contenía boro en el material laminar intermedio y en una capa más alta tenía excelente capacidad de descarga virutas y vida útil de corte. La herramienta de corte del Experimento 10 producida usando un blanco de AlCrSi, cuyo contenido de Al era diferente del de la herramienta de corte del Experimento 1, tenía excelente resistencia al desgaste como en el Experimento 1.

La herramienta de corte del Experimento 11 que tenía una capa más alta hecha de nitruro de titanio, tenía una vida útil de corte más corta que la del Experimento 1. La herramienta de corte del Experimento 12, que tenía una capa más alta de (TiSi)N, tenía una resistencia al desgaste particularmente excelente. La herramienta de corte del Experimento 13 con un gradiente en el contenido de Si que era más alto hacia la superficie superior en un material laminar intermedio, tenía una vida útil de corte más larga y, por eso, mejor resistencia al desgaste que las de la herramienta de corte del Experimento 6, que tenía la misma composición media sin gradiente. Las herramientas de corte de los Experimentos 14 y 15 tenían la misma relación de espesores de las capa más baja, del material laminar intermedio y de la capa más alta, que la del Experimento 1.

El material laminar intermedio de la herramienta de corte del Experimento 16 tenía una dureza de 28 GPa, el material laminar intermedio de la herramienta de corte del Experimento 17 tenía un módulo de 560 GPa, y el material laminar intermedio de la herramienta de corte del Experimento 18 tenía un porcentaje de recuperación del módulo del 27%. Estas durezas, módulos y porcentajes de recuperación del módulo estaban fuera de los intervalos preferidos de la presente invención, dando como resultado vidas útiles de corte más cortas que las de las otras herramientas de corte. La herramienta de corte del Experimento 19, que tenía la concentración más alta de oxígeno en un intervalo de 100 nm, o menos, desde la superficie del revestimiento duro, tenía una excelente lubricación. La herramienta de corte del Experimento 20 que tenía un revestimiento duro formado por pulverización catódica, exhibió una excelente vida útil de corte, como las herramientas de corte que tenían revestimientos formados por AIP.

Las muestras 21 – 23 se produjeron controlando el contenido de Ti en las capas B del material laminar intermedio y la temperatura del sustrato. Específicamente, usando un método AIP, las muestras 21 – 23 se produjeron formando una capa más baja de (TiAl)N de 1 µm de espesor mediante el evaporador 5 bajo condiciones de un voltaje de polarización de 50 V, una presión del gas de reacción de 5 Pa, una temperatura del sustrato de 500°C, y una velocidad de rotación del sustrato de 2 rpm, formando luego un material laminar intermedio mediante los evaporadores 4, 5, 6 bajo las condiciones de un voltaje de polarización de 75 V, una presión del gas de reacción de 5 Pa, una temperatura del sustrato de 450°C, y una velocidad de rotación del sustrato de 2 rpm, y formando además una capa más alta de (TiSi)N de 1 µm de espesor, mediante el evaporador 7, bajo las condiciones de un voltaje de polarización de 50 V, una presión del gas de reacción de 3 Pa, una temperatura del sustrato de 450°C, y una velocidad de rotación del sustrato de 2 rpm. Las herramientas de corte de los Experimentos 21 – 23 que corresponden a estas Muestras, exhibieron una excelente resistencia al desgaste con poco desprendimiento de los revestimientos duros, no sólo en el corte seco sino también en corte en mojado o con neblina.

Las condiciones de revestimiento de los Ejemplos comparativos (herramientas de corte de los Experimentos 24 – 28) fueron las mismas que en el Experimento 1, excepto que se cambiaron parcialmente las condiciones de formación de las capas para proporcionar las propiedades, estructuras, etc., mostradas en la Tabla 2, usando los blancos 4 – 7 que tenían las composiciones mostradas en la Tabla 2. La herramienta de corte del Experimento 24 tenía insuficiente fuerza adherente entre el material laminar intermedio y la capa más alta y, por eso, mejoró insuficientemente la resistencia al desgaste, porque la cantidad total de Al y Cr en las capas A del material laminar intermedio era del 70%. La herramienta de corte del Experimento 25 no tenía una resistencia al desgaste mejorada



porque cada capa de material laminar intermedio tenía un espesor de 105 – 150 nm, porque la capa más alta y el material laminar intermedio no estaban suficientemente endurecidos, y porque no había mutua difusión entre las capas del material laminar intermedio. La herramienta de corte del Experimento 26 no tenía una resistencia al desgaste mejorada porque el contenido de Al en el material laminar intermedio era del 15% o menos, y porque había únicamente un pico en la difracción de rayos X en un intervalo de  $2\theta$  de 40° a 45°. La herramienta de corte del Experimento que tenía una capa más alta que no contenía Ti, y la herramienta de corte del Experimento 28, que no tenía capa más alta, exhibieron una resistencia al desgaste muy variable e insuficiente.

La Muestra 29 tenía una capa de (TiAl)N sobre la capa más baja de TiN. La Muestra 39 tenía una sola capa de (TiAl)N. La Muestra 31 tenía una sola capa de (AlCrSi)N. Las Muestras 32 y 33 tenían una sola capa de (AlCr)N. La Muestra 34 tenía una sola capa de (AlCrTi)N. La Muestra 35 tenía una sola capa de (AlCrTiSi)N. La Muestra 36 tenía un material laminar de (AlCr)N. La Muestra 37 tenía un material laminar de (AlCr)N y la Muestra 38 tenía un material laminar de (TiAl)N. Las herramientas de corte (Experimentos 29 – 38) producidas bajo las mismas condiciones de revestimiento que en la Muestras 29 – 38 sufrieron un desgaste anormal durante el proceso de corte, dando como resultado una insuficiente resistencia al desgaste.

### Ejemplo 3

#### (1) Producción de la Muestra 41

Los blancos usados para formar las capas de la Muestra 41 fueron blancos metálicos producidos mediante un método de pulvimetalurgia. Como se muestra en la Figura 7, se acopló un blanco 1 de  $\text{Al}_{60}\text{Cr}_{37}\text{Si}_3$  (% en átomos) a un evaporador 4, 6, de descarga por arco, se acopló un blanco 2 de  $\text{Ti}_{100}$  a un evaporador 5 de descarga por arco, y se acopló un blanco 3 de  $\text{Cr}_{90}\text{Si}_5\text{B}_5$  (% en átomos) al evaporador 7 de descarga por arco.

#### (a) Formación de la capa más baja

Suministrando una corriente (25 V, 100 A) al evaporador proporcionado con el blanco 1, se formó una capa más baja de nitruro de aproximadamente 200 nm sobre la superficie de un sustrato bajo las condiciones de voltaje de polarización negativa de 100 V, una presión del gas de reacción de 4 Pa, una temperatura del sustrato de 500°C, y una velocidad de rotación del sustrato de 3 rpm. Aunque la composición del blanco 1 era  $\text{Al}_{60}\text{Cr}_{37}\text{Si}_3$ , la composición del componente metálico de la capa más baja depositada desde la fase vapor era  $\text{Al}_{57}\text{Cr}_{41}\text{Si}_2$ .

#### (b) Formación del material laminar intermedio

Se formó una capa de nitruro sobre la capa más baja, suministrando una corriente de 25 V, 100 A, a un evaporador provisto de un blanco 1, y suministrando una corriente de 20 V, 60 V al evaporador provisto del blanco 2. Además, la corriente suministrada al evaporador provisto del blanco 2 se cambió, gradualmente, de 60 A a 100 A, mientras que la corriente suministrada al evaporador provisto del blanco 1 se cambió, gradualmente, de 100 A a 60 A, a medida que pasaba el tiempo de revestimiento. Se aplicó al sustrato un voltaje de polarización por pulsos (voltaje de polarización negativa: 100 V, voltaje de polarización positiva: 10 V, frecuencia: 20 kHz; 80% sobre el lado negativo y 20% sobre el lado positivo). Se formó un material laminar intermedio de nitruro que tenía un espesor de aproximadamente 2600 nm mediante los blancos 1 y 2 bajo las condiciones de una presión total de 6 Pa, una temperatura del sustrato de 525°C, y una velocidad de rotación del sustrato de 5 rpm.

#### (c) Formación de la capa más alta

Se cortó el suministro de corriente a los evaporadores, provisto cada uno de los blancos 1, 2, y comenzó el suministro de corriente al evaporador provisto del blanco 3 para formar una capa más alta de nitruro, de aproximadamente 200 nm, bajo las condiciones de un voltaje de polarización negativa de 80 V, un voltaje de polarización positiva de 0 V, una frecuencia de 10 kHz, una amplitud del 95% sobre el lado negativo y del 5% sobre el lado positivo, una presión total de 2,5 Pa, una temperatura del sustrato de 500°C, y una velocidad de rotación del sustrato de 3 rpm.

#### (2) Producción de las Muestras 42 – 71

Se produjeron las Muestras 42 – 71 formando revestimientos duros de la misma manera que en la Muestra 41, excepto que se usaron diversos blancos mostrados en la Tabla 5. Las muestras 43 – 55, 59 – 62 y 65 son Ejemplos, y las Muestras 66 – 71 son Ejemplos comparativos, y las Muestras 42, 56 – 58, 63, 64 son Ejemplos convencionales. Los resultados de la evaluación del revestimiento duro de cada Muestra se muestran en la Tabla 6.

Tabla 5

Número de Muestra	Composición del blanco (% en átomos)		
	Blancos 4, 6	Blanco 5	Blanco 7
41	Al60-Cr37-Si3	Ti	Cr90-Si5-B5
42 <sup>(2)</sup>	Al70-Cr30	Ti	Cr90-Si5-B5
43	Al60-Cr37-Si3	Ti	Cr90-Si5-B5
44	Al60-Cr37-Si3	Ti75-Si25	Cr90-Si5-B5
45	Al60-Cr37-Si3	Ti	Cr
46	Al60-Cr37-Si3	Ti	Cr/MoS <sub>2</sub>
47	Al60-Cr37-Si3	Ti	Cr90-Si5-B5
49	Al55-Cr37-Si3	Ti95-B5	Cr90-Si5-B5
49	Al60-Cr37-Si3	Ti95-B5	Cr
50	Al50-Cr47-Si3	Ti	Cr90-Si5-B5
51	Al60-Cr37-Si3	Ti	Cr90-Si5-B5
52	Al60-Cr37-Si3	Ti	Cr80-Si20
53	Al60-Cr37-Si3	Ti75-Si25	Cr75-Si25
54	Al60-Cr37-Si3	Ti	Cr90-Si5-B5
55	Al60-Cr37-Si3	Ti	Cr90-Si5-B5
56 <sup>(2)</sup>	Al40-Cr60	Ti	Cr90-Si5-B5
57 <sup>(2)</sup>	Al40-Cr60	Ti	Cr90-Si5-B5
58 <sup>(2)</sup>	Al40-Cr60	Ti	Cr90-Si5-B5
59	Al60-Cr37-Si3	Ti	Cr90-Si5-B5
60	Al60-Cr37-Si3	Ti	Cr90-Si5-B5
61	Al60-Cr37-Si3	Ti	Cr90-Si5-B5
62	Al60-Cr37-Si3	Ti	Cr90-Si5-B5
63 <sup>(2)</sup>	Al60-Cr37-Si3	Ti45-Al55	Cr90-Si5-B5
64 <sup>(2)</sup>	Al60-Cr37-Si3	Ti50-Al50	Cr90-Si5-B5
65	Al60-Cr37-Si3	Ti75-Al25	Cr90-Si5-B5
66 <sup>(1)</sup>	Al40-Cr30-Si30	Ti	Cr90-Si5-B5
67 <sup>(1)</sup>	Al60-Cr37-Si3	Ti	Cr90-Si5-B5
68 <sup>(1)</sup>	Al20-Cr77-Si3	Ti80-Al20	Cr90-Si5-B5
69 <sup>(1)</sup>	Al60-Cr37-Si3	Zr75-Si25	Zr75-Si25
70 <sup>(1)</sup>	Al60-Cr37-Si3	Ti	-
71 <sup>(1)</sup>	Al60-Cr37-Si3	Cr	Cr

Nota: (1) Ejemplo comparativo  
(2) Ejemplo convencional

Tabla 6

Número de Muestra	Capa más baja	
	Composición (% en átomos)	Espesor (nm)
41	(Al57-Cr41-Si2)N	200
42 <sup>(2)</sup>	(Al66-Cr34)N	200
43	(Al57-Cr41-Si2)N	200
44	(Al55-Cr43-Si2)N	200
45	(Al57-Cr41-Si2)N	200
46	(Al57-Cr41-Si2)N	200
47	(Al57-Cr41-Si2)N	200
48	(Al57-Cr41-Si2)N	200
49	(Al57-Cr41-Si2)N	200
50	(Al47-Cr51-Si2)N	200
51	(Al57-Cr41-Si2)N	200
52	(Al57-Cr41-Si2)N	200
53	(Al57-Cr41-Si2)N	200
54	(Al57-Cr41-Si2)N	200
55	(Al57-Cr41-Si2)N	1500
56 <sup>(2)</sup>	(Al36-Cr64)N	200
57 <sup>(2)</sup>	(Al36-Cr64)N	200
58 <sup>(2)</sup>	(Al36-Cr64)N	200
59	(Al57-Cr41-Si2)N	200
60	(Al57-Cr41-Si2)N	200
61	(Al57-Cr41-Si2)N	200
62	(Al57-Cr41-Si2)N	200
63 <sup>(2)</sup>	(Al52-Ti48)N	200
64 <sup>(2)</sup>	(Al52-Ti48)N	200
65	(Al55-Cr43-Si2)N	200
66 <sup>(1)</sup>	(Al36-Cr40-Si24)N	200
67 <sup>(1)</sup>	(Al57-Cr41-Si2)N	200
68 <sup>(1)</sup>	(Al17-Cr82-Si1)N	200
69 <sup>(1)</sup>	(Al57-Cr41-Si2)N	200
70 <sup>(1)</sup>	(Al57-Cr41-Si2)N	200
71 <sup>(1)</sup>	(Al57-Cr41-Si2)N	200

Nota: (1) Ejemplo comparativo  
(2) Ejemplo convencional

Tabla 6 (continuación)

Número de Muestra	Material laminar intermedio		
	Capa A (% en átomos)	Capa B (% en átomos)	Espesor de cada capa (nm)
41	(Al63-Cr30-Ti4-Si3)N	(Al6-Cr6-Ti86-Si2)N	10 – 40
42 <sup>(2)</sup>	(Al63-Cr33-Ti3)N	(Al6-Cr4-Ti90)N	10 – 40
43	(Al63-Cr30-Ti4-Si3)N	(Al6-Cr6-Ti86-Si2)N	0,5 – 10
44	(Al53-Cr37-Ti6-Si4)N	(Al6-Cr5-Ti72-Si17)N	10 – 40
45	(Al63-Cr30-Ti4-Si3)N	(Al6-Cr6-Ti86-Si2)N	10 – 40
46	(Al63-Cr30-Ti4-Si3)N	(Al6-Cr6-Ti86-Si2)N	10 – 40
47	(Al63-Cr30-Ti4-Si3)NO	(Al6-Cr6-Ti86-Si2)NO	10 – 40
48	(Al63-Cr30-Ti4-Si3)NB	(Al6-Cr6-Ti86-Si2)NB	10 – 40
49	(Al63-Cr30-Ti4-Si3)NB	(Al6-Cr6-Ti86-Si2)NB	10 – 40
50	(Al53-Cr40-Ti4-Si3)N	(Al14-Cr8-Ti86-Si2)N	10 – 40
51	(Al63-Cr30-Ti4-Si3)N	(Al6-Cr6-Ti86-Si2)N	10 – 40
52	(Al63-Cr30-Ti4-Si3)N	(Al6-Cr6-Ti86-Si2)N	10 – 40
53	(Al53-Cr37-Ti6-Si4)N <sup>(3)</sup>	(Al6-Cr5-Ti72-Si17)N <sup>(3)</sup>	10 – 40
54	(Al63-Cr30-Ti4-Si3)N	(Al6-Cr6-Ti86-Si2)N	10 – 40
55	(Al63-Cr30-Ti4-Si3)N	(Al6-Cr6-Ti86-Si2)N	10 – 40
56 <sup>(2)</sup>	(Al43-Cr50-Ti7)N	(Al3-Cr9-Ti91)N	10 – 40
57 <sup>(2)</sup>	(Al38-Cr55-Ti7)N	(Al2-Cr3-Ti95)N	10 – 40
58 <sup>(2)</sup>	(Al38-Cr55-Ti7)N	(Al2-Cr3-Ti95)N	10 – 40
59	(Al63-Cr30-Ti4-Si3)N	(Al6-Cr6-Ti86-Si2)N	10 – 40
60	(Al63-Cr30-Ti4-Si3)N	(Al6-Cr6-Ti86-Si2)N	10 – 40
61	(Al63-Cr30-Ti4-Si3)N	(Al6-Cr6-Ti86-Si2)N	10 – 40
62	(Al63-Cr30-Ti4-Si3)N	(Al6-Cr6-Ti86-Si2)N	10 – 40
63 <sup>(2)</sup>	(Al59-Cr28-Ti12-Si1)N	(Al54-Cr13-Ti32-Si1)N	2 – 20
64 <sup>(2)</sup>	(Al57-Cr28-Ti14-Si1)N	(Al52-Cr8-Ti38-Si1)N	2 – 20
65	(Al49-Cr37-Ti10-Si4)N	(Al19-Cr9-Ti65-Si17)N	2 – 20
66 <sup>(1)</sup>	(Al35-Cr35-Ti10-Si20)N	(Al6-Cr5-Ti82-Si7)N	10 – 40
67 <sup>(1)</sup>	(Al57-Cr41-Si2)N	TiN	105 – 150
68 <sup>(1)</sup>	(Al15-Cr80-Ti4-Si1)N	(Al6-Cr22-Ti70-Si2)N	10 – 40
69 <sup>(1)</sup>	(Al57-Cr35-Zr5-Si3)N	(Al38-Cr12-Zr48-Si2)N	10 – 40
70 <sup>(1)</sup>	(Al63-Cr30-Ti4-Si3)N	(Al6-Cr6-Ti86-Si2)N	10 – 40
71 <sup>(1)</sup>	(Al53-Cr45-Si2)N	(Al6-Cr92-Si2)N	10 – 40

Nota: (1) Ejemplo comparativo

(2) Ejemplo convencional

(3) El contenido de Si en el material laminar intermedio fue cambiando en la dirección del espesor.

Tabla 6 (continuación)

Número de Muestra	Material laminar intermedio				
	Difusión mutua	Continuidad de la red	Número de picos en 40° – 45°	Espesor total (nm)	Dureza (GPa)
41	Si	Si	2	2600	36
42 <sup>(2)</sup>	Si	Si	2	2600	33
43	Si	Si	2	2600	39
44	Si	Si	2	2600	36
45	Si	Si	2	2600	36
46	Si	Si	2	2600	36
47	Si	Si	2	2600	38
48	Si	Si	2	2600	39
49	Si	Si	2	2600	39
50	Si	Si	2	2600	32
51	Si	Si	2	2600	36
52	Si	Si	2	2600	36
53	Si	Si	2	2600	36
54	Si	Si	2	1300	36
55	Si	Si	2	1000	36
56 <sup>(2)</sup>	Si	Si	2	2600	28
57 <sup>(2)</sup>	Si	Si	2	2600	30
58 <sup>(2)</sup>	Si	Si	2	2600	30
59	Si	Si	2	2600	36
60	Si	Si	2	2600	36
61	Si	Si	2	2600	36
62	Si	Si	2	2600	36
63 <sup>(2)</sup>	Si	Si	2	2300	36
64 <sup>(2)</sup>	Si	Si	2	2300	36
65	Si	Si	2	2300	42
66 <sup>(1)</sup>	Si	Si	2	2600	26
67 <sup>(1)</sup>	No	No	2	2600	26
68 <sup>(1)</sup>	Si	Si	1	2600	26
69 <sup>(1)</sup>	Si	Si	2	2600	29
70 <sup>(1)</sup>	Si	Si	2	2800	36
71 <sup>(1)</sup>	Si	Si	2	2600	29

Nota: (1) Ejemplo comparativo  
(2) Ejemplo convencional

Tabla 6 (continuación)

Número de Muestra	Material laminar intermedio		Capa más alta	
	Módulo (GPa)	Porcentaje de recuperación del módulo (%)	Composición (% en átomos)	Espesor (nm)
41	490	32	(Cr95-Si2-B3)N	200
42 <sup>(2)</sup>	500	30	(Cr95-Si2-B3)N	200
43	470	34	(Cr95-Si2-B3)N	200
44	490	32	(Cr95-Si2-B3)N	200
45	490	32	CrN	200
46	490	32	CrN/MoS <sub>2</sub>	200 <sup>(8)</sup>
47	470	34	(Cr95-Si2-B3)N	200
48	490	34	(Cr95-Si2-B3)N	200
49	500	32	CrN	200
50	500	31	(Cr95-Si2-B3)N	200
51	490	32	(Cr95-Si2-B3)CN	200
52	490	32	(Cr84-Si16)N	200
53	490	32	(Cr78-Si22)N	200
54	490	32	(Cr95-Si2-B3)N	1500
55	490	32	(Cr95-Si2-B3)N	500
56 <sup>(2)</sup>	510	28	(Cr95-Si2-B3)N	200
57 <sup>(2)</sup>	560	28	(Cr95-Si2-B3)N	200
58 <sup>(2)</sup>	520	27	(Cr95-Si2-B3)N	200
59	490	32	(Cr95-Si2-B3)NO	200 <sup>(5)</sup>
60	490	32	(Cr95-Si2-B3)N	200 <sup>(6)</sup>
61 <sup>(9)</sup>	490	32	(Cr95-Si2-B3)N	200
62 <sup>(10)</sup>	490	32	(Cr95-Si2-B3)N	200
63 <sup>(2)(7)</sup>	480	34	(Cr95-Si2-B3)N	500
64 <sup>(2)(7)</sup>	470	34	(Cr95-Si2-B3)N	500
65 <sup>(7)</sup>	480	35	(Cr95-Si2-B3)N	500
66 <sup>(1)</sup>	460	35	(Cr95-Si2-B3)N	200
67 <sup>(1)</sup>	540	27	(Cr95-Si2-B3)N	200
68 <sup>(1)</sup>	510	29	(Cr95-Si2-B3)N	200
69 <sup>(1)</sup>	530	28	(Zr78-Si22)N	200
70 <sup>(1)</sup>	490	32	-	-
71 <sup>(1)</sup>	460	27	CrN	200

Nota: (1) Ejemplo comparativo.

(2) Ejemplo convencional.

(5) La concentración de oxígeno era alta sobre la superficie.

(6) El revestimiento duro se formó mediante pulverización catódica.

(7) Se cambió la temperatura del sustrato.

(8) Se depositó una capa de CrN en forma de lámina de 50 nm de espesor sobre la capa más alta de CrN/MoS<sub>2</sub> formada por pulverización catódica y AIP.

(9) Se formó una capa DLC de 20 nm de espesor sobre la capa más alta.

(10) Se formó una capa de (ArCrSi)NO de 20 nm de espesor sobre la capa más alta.

La Tabla 5 muestra las composiciones de los blancos acoplados a los evaporadores 4 – 7 en la cámara de vacío. La Tabla 6 muestra (a) la composición y el espesor de la capa más baja, (b) las composiciones de las capas A y B, las composiciones de otras capas, si hay alguna, el espesor de cada capa, la presencia o ausencia de difusión mutua, la continuidad de la red, el número de picos en un intervalo de 2θ de 40° – 45°, el espesor total, la dureza, el módulo, el porcentaje de recuperación del módulo en el material laminar intermedio, y (c) la composición y el espesor de la capa más alta. Estas propiedades se midieron de la misma manera que en el Ejemplo 1.

#### Ejemplo 4

Cada revestimiento duro de las Muestras 41 – 47 del Ejemplo 3 se formó sobre una herramienta de corte de la misma manera que en el Ejemplo 2 para evaluar su comportamiento de corte. Las condiciones de formación de capas en los Experimentos fueron las mismas que en el Ejemplo 3, a no ser que se describa en particular otra cosa, y los números de los experimentos corresponden a los números de las muestras del Ejemplo 3. Los resultados de la evaluación se muestran en la Tabla 7.

Tabla 7

Número del Experimento	Evaluación del corte 1	Evaluación del corte 1	Condiciones de la formación de las capas
	Número de orificios taladrados	Longitud del corte (m)	
41	1100	620	Las mismas que en la Muestra 41
42	900	380	Las mismas que en la Muestra 42
43	1800	680	Las mismas que en la Muestra 43
44	1400	740	Las mismas que en la Muestra 44
45	1000	440	Las mismas que en la Muestra 45
46	1800	460	Las mismas que en la Muestra 46
47	1300	660	Las mismas que en la Muestra 47
48	1500	680	Las mismas que en la Muestra 48
49	1300	540	Las mismas que en la Muestra 49
50	900	360	Las mismas que en la Muestra 50
51	1800	620	Las mismas que en la Muestra 51
52	1900	690	Las mismas que en la Muestra 52
53	2100	840	Las mismas que en la Muestra 53
54	800	340	Las mismas que en la Muestra 54
55	1000	420	Las mismas que en la Muestra 55
56	800	320	Las mismas que en la Muestra 56
57	800	340	Las mismas que en la Muestra 57
58	800	340	Las mismas que en la Muestra 58
59	1900	710	Las mismas que en la Muestra 59
60	2200	680	Las mismas que en la Muestra 60
61	1900	680	Las mismas que en la Muestra 61
62	1800	700	Las mismas que en la Muestra 62
63	2100	610	Las mismas que en la Muestra 63
64	2400	780	Las mismas que en la Muestra 64
65	2800	890	Las mismas que en la Muestra 65
66 <sup>(1)</sup>	500	100	Las mismas que en la Muestra 66
67 <sup>(1)</sup>	400	80	Las mismas que en la Muestra 67
68 <sup>(1)</sup>	300	80	Las mismas que en la Muestra 68
69 <sup>(1)</sup>	<100	50	Las mismas que en la Muestra 69
70 <sup>(1)</sup>	200	50	Las mismas que en la Muestra 70
71 <sup>(1)</sup>	300	50	Las mismas que en la Muestra 71

Nota: (1) Ejemplo comparativo

- 5 Como es claro a partir de la Tabla 7, las herramientas de corte de los Experimentos 41 y 42 tenían una mejorada lubricación y resistencia al agarrotamiento y, por eso, una excelente resistencia al desgaste. La herramienta de corte del Experimento 41, producida usando un blanco de AlCrSi y un blanco de Ti, tenía una vida útil de corte más larga que la de la herramienta de corte del Experimento 42 producida usando un blanco de AlSiCr y un blanco de Ti. La herramienta de corte del Experimento 43 tenía una alta dureza en el material laminar intermedio y, por eso, una excelente vida útil de corte a pesar de tener la misma composición que la herramienta de corte del Experimento 41, debido a que cada capa tenía un espesor de 0,5 – 10 nm en el material laminar intermedio. La herramienta de corte del Experimento 44 producida usando un blanco de AlCrSi y un blanco de TiSi exhibía una vida útil de corte más larga que la de la herramienta de corte del Experimento 41. La herramienta de corte del Experimento 45 tenía una excelente resistencia al agarrotamiento y resistencia al desgaste, debido a que se formó el material laminar intermedio mediante un blanco de AlCrSi y un blanco de Ti, y debido a que se formó la capa más alta mediante un blanco de Cr.

20 La herramienta de corte del Experimento 46, en la se formó que un material laminar de 200 nm de espesor, de capas de CrN y de capas de MoS<sub>2</sub>, que tenían un espesor del nivel de nanómetros, operando simultáneamente un evaporador de pulverización catódica y un evaporador AIP, era particularmente adecuada para taladrar. La herramienta de corte del Experimento 47 que contenía oxígeno en el material laminar intermedio tenía una excelente resistencia al agarrotamiento y resistencia al desgaste. Esto parece ser debido al hecho de que el oxígeno es eficaz para aumentar la dureza del material laminar intermedio y para mejorar la adherencia entre las capas. Las herramientas de corte de los Experimentos 48 y 49, que contenían boro en sus materiales laminares intermedios, tenían una excelente vida útil de corte debido a que se endurecieron los materiales laminares intermedios. La herramienta de corte del Experimento 50 tenía una excelente resistencia al agarrotamiento y resistencia al desgaste, aunque el contenido de Al del blanco AlCrSi era diferente del usado para producir la herramienta de corte del Experimento 41.

La herramienta de corte del Experimento 51, que tenía una capa más alta de carbonitruro de cromo, tenía una vida útil de corte más larga que la de la herramienta de corte del Experimento 41 que no contenía carbono en su capa más alta. La herramienta de corte del Experimento 52 que tenía una capa más alta de (CrSi)N, era excelente, en particular, en la resistencia al agarrotamiento y en la resistencia al desgaste. La herramienta de corte del Experimento 43, que tenía un contenido de Si que aumentaba gradualmente hacia la superficie, en la dirección del espesor de un material laminar intermedio, tenía una vida útil de corte más larga y una mejor resistencia al desgaste que la herramienta de corte del Experimento 44 que no tenía gradiente de composición con la misma composición media. Las herramientas de corte de los Experimentos 54 y 55 tenían diferentes relaciones de espesor de la capa más baja, del material laminar intermedio y de la capa más alta que las de la herramienta de corte del Experimento 41. El material laminar intermedio más grueso, como en la herramienta de corte del Experimento 41, proporcionó mejores resultados.

La herramienta de corte del Experimento 56 comprendía un material laminar intermedio que tenía una dureza de 28 GPa, la herramienta de corte del Experimento 57 comprendía un material laminar intermedio que tenía un módulo de 560 GPa, y la herramienta de corte del Experimento 58 tenía un porcentaje de recuperación del módulo del 27%. Con estas durezas, el módulo y el porcentaje de recuperación del módulo que estaban fuera del intervalo preferido de la presente invención, las herramientas de corte de los experimentos 56 – 58 tenían cortas vidas útiles de corte. La herramienta de corte del Experimento 59 que tenía la máxima concentración de oxígeno en un intervalo de 100 nm, o menos, a partir de la superficie del revestimiento, era particularmente excelente en lubricación y resistencia al agarrotamiento. La herramienta de corte del Experimento 60, que tenía un revestimiento duro formado mediante un método de pulverización catódica, exhibía una excelente vida útil como la que tenían los revestimientos duros formados mediante un método AIP.

La herramienta de corte del Experimento 61 tenía una capa DLC de aproximadamente 20 nm formada sobre la capa más alta mediante el método de pulverización catódica. La herramienta de corte del Experimento 62 tenía una capa de (AlCrSi)(NO) de aproximadamente 20 nm formada sobre la capa más alta mediante el método de pulverización catódica. Mientras que la herramienta de corte del Experimento 41 era grisácea, las herramientas de corte 61 y 62 eran azules, indicando que el color de las herramientas de corte se puede cambiar hasta un grado que afecte mucho a su resistencia al desgaste.

Las herramientas de corte de los Experimentos 63 – 65 se produjeron con temperaturas de los sustratos controladas, dependiendo del contenido de Ti de las capas B en el material laminar intermedio. Usando un método AIP, las herramientas de corte de los Experimentos 63 y 64 se produjeron formando primero una capa más baja de (TiAl)N de 200 nm de espesor mediante el evaporador 5, bajo las condiciones de un voltaje de polarización de 50 V, una presión del gas de reacción de 5 Pa, una temperatura del sustrato de 500°C, y una velocidad de rotación del sustrato de 2 rpm, luego un material laminar intermedio de 2300 nm de espesor mediante los evaporadores 4, 5, 6, bajo las condiciones de un voltaje de polarización de 75 V, una presión del gas de reacción de 5 Pa, una temperatura del sustrato de 450°C, y una velocidad de rotación del sustrato de 8 rpm, y además una capa más baja de (CrSi)BN de 500 nm de espesor, mediante el evaporador 7, bajo las condiciones de un voltaje de polarización de 50 V, una presión del gas de reacción de 3 Pa, una temperatura del sustrato de 450°C, y una velocidad de rotación del sustrato de 2 rpm.

En el Experimento 65, se formó primero una capa más baja de (AlCrSi)N de 200 nm de espesor mediante los evaporadores 4, 6, usando un método AIP, bajo las condiciones de un voltaje de polarización de 50 V, una presión del gas de reacción de 5 Pa, una temperatura del sustrato de 450°C, y una velocidad de rotación del sustrato de 2 rpm, y luego se formó un material laminar intermedio de 2300 nm de espesor mediante los evaporadores 4, 5, 6 bajo las condiciones de un voltaje de polarización de 50 V, una presión del gas de reacción de 5 Pa, una temperatura del sustrato de 450°C, y una velocidad de rotación del sustrato de 8 rpm, y se formó además una capa más alta de (CrSiB)N de 500 nm de espesor, mediante el evaporador 7, bajo las condiciones de un voltaje de polarización de 50 V, una presión del gas de reacción de 3 Pa, una temperatura del sustrato de 450°C, y una velocidad de rotación del sustrato de 2 rpm. Las herramientas de corte de los Experimentos 63 – 65 exhibían una excelente resistencia al desgaste con poco desprendimiento, no solamente en el corte en seco sino también en corte mojado o con neblina.

Aunque las condiciones de revestimiento de los Ejemplos comparativos fueron las mismas que las de las Muestras, se hicieron modificaciones parciales para proporcionar las propiedades, estructuras, etc., mostradas en la Tabla 6. La herramienta de corte del Ejemplo comparativo 66 tenía insuficiente fuerza adherente entre el material laminar intermedio y la capa más alta y, por eso, una insuficiente resistencia al desgaste, debido a que la cantidad total de Al y Cr en las capas era del 70%. La herramienta de corte del Ejemplo comparativo 67 tenía una capa más alta insuficientemente endurecida y un material laminar intermedio sin resistencia al desgaste mejorada, debido a que cada capa del material laminar intermedio tenía un espesor de 105 – 150 nm, y debido a que no hubo mutua difusión entre las capas del material laminar intermedio.

La herramienta de corte del Ejemplo comparativo 68 no tenía una resistencia al desgaste mejorada, debido a que el contenido de Al del material laminar intermedio era del 15% o menos, y debido a que había únicamente un pico en la difracción de rayos X en un intervalo de  $2\theta$  de 40° a 45°. La herramienta de corte del Ejemplo comparativo 69 que no



5 contiene Cr en la capa más alta, y la herramienta de corte del Ejemplo comparativo 70 que no tenía capa más alta, tenía una resistencia al agarrotamiento muy cambiante y resistencia al desgaste. La herramienta de corte del Ejemplo comparativo 71, que tenía un material laminar intermedio formada usando un blanco de AlCrSi y un blanco de Cr, tenía baja dureza en el material laminar intermedio, fallando por eso en que tuviera una resistencia al desgaste mejorada.

**Efecto de la invención**

10 Debido a que el revestimiento duro de la presente invención tiene un revestimiento duro que tiene no sólo excelente dureza y lubricación, sino también excelente resistencia al agarrotamiento y/o resistencia al desgaste, exhibe una excelente resistencia al desgaste en alta velocidad de corte, taladrado profundo, etc. Además, debido a que el miembro con revestimiento duro de la presente invención tiene alta fuerza adherente entre las capas dispuestas en láminas, es poco probable que se produzca desprendimiento entre las capas. Por consiguiente, el miembro con revestimiento duro exhibe una excelente resistencia al desprendimiento y resistencia a la formación de virutas, con gran resistencia al desgaste anormal.

15

20

## REIVINDICACIONES

1. Un miembro con revestimiento duro, que comprende un revestimiento duro que comprende una capa más baja, un material laminar intermedio y una capa más alta sobre un sustrato (9),  
 5 estando dicho material laminar intermedio constituido por capas A y capas B, que tienen diferentes composiciones, alternativamente dispuestas en láminas,  
 estando dichas capas A y dichas capas B hechas, respectivamente, de al menos un compuesto seleccionado del grupo consistente en nitruros, boruros, carburos y óxidos de componentes metálicos que tienen composiciones representadas por la fórmula  $Al_WCr_XTi_YSi_Z$ , en la que W, X, Y, y Z representan, respectivamente los  
 10 % en átomos de Al, Cr, Ti y Si, y  $Z > 0$ ,  $W + X + Y + Z = 100$ , y estas combinaciones,  
 dichas capas A satisfacen la condición de  $70 \leq W + X < 100$ .  
 dichas capas B satisfacen la condición de  $30 \leq Y < 100$ ,  $0 < W \leq 50$ , y  $0 < X \leq 20$ , y  
 estando dicha capa más alta de al menos un compuesto seleccionado del grupo consistente en nitruros, carburos, sulfuros y boruros de Ti, o Ti y Si y estas combinaciones.
- 15 2. Un miembro con revestimiento duro, que comprende un revestimiento duro que comprende una capa más baja, un material laminar intermedio y una capa más alta sobre un sustrato (9),  
 estando dicho material laminar intermedio constituido por capas A y capas B, que tienen diferentes composiciones, alternativamente dispuestas en láminas,  
 20 estando dichas capas A y dichas capas B hechas, respectivamente, de al menos un compuesto seleccionado del grupo consistente en nitruros, boruros, carburos y óxidos de componentes metálicos que tiene composiciones representadas por la fórmula  $Al_WCr_XTi_YSi_Z$ , en la que W, X, Y, y Z representan, respectivamente los % en átomos de Al, Cr, Ti y Si, y  $Z > 0$ ,  $W + X + Y + Z = 100$ , y estas combinaciones,  
 dichas capas A satisfacen la condición de  $70 \leq W + X < 100$ .  
 dichas capas B satisfacen la condición de  $30 \leq Y < 100$ ,  $0 < W \leq 50$ , y  $0 < X \leq 20$ , y  
 25 estando dicha capa más alta de al menos un compuesto seleccionado del grupo consistente en nitruros, carburos, sulfuros y boruros de Cr, o Cr y Si y estas combinaciones.
3. El miembro con revestimiento duro según la reivindicación 1, en la que dicha capa más alta está basada en un carbonitruro, un sulfuro o un boruro que contiene un 50% en átomos, o más, de Ti.  
 30
4. El miembro con revestimiento duro según la reivindicación 2, en la que dicha capa más alta está basada en un carbonitruro, un sulfuro o un boruro que contiene un 50% en átomos, o más, de Cr.
5. El miembro con revestimiento duro según una cualquiera de las reivindicaciones 1 – 4, en el que dichas capas A y dichas capas B, en dicho material laminar intermedio, tienen respectivamente un espesor de 0,5 – 100 nm.  
 35
6. El miembro con revestimiento duro según una cualquiera de las reivindicaciones 1 – 5, en el que dicho material laminar intermedio tiene al menos dos picos en la difracción de rayos X en un intervalo de  $2\theta$  de  $40^\circ$  a  $45^\circ$ .
- 40 7. El miembro con revestimiento duro según una cualquiera de las reivindicaciones 1 – 6, en el que al menos el Al, Cr, y Ti se difunden mutuamente en dichas capas A y dichas capas B que constituyen dicho material laminar intermedio.
8. El miembro con revestimiento duro según una cualquiera de las reivindicaciones 1 – 7, en el que la capa en dicho material laminar intermedio tiene una concentración de Si más alta a medida que se acerca a la superficie superior de dicho material laminar intermedio.  
 45
9. El miembro con revestimiento duro según una cualquiera de las reivindicaciones 1 – 8, en el que dicha capa más baja está hecha de un nitruro que comprende al menos un elemento metálico seleccionado del grupo consistente en Al, Cr, Ti y Si.  
 50
10. El miembro con revestimiento duro según una cualquiera de las reivindicaciones 1 – 9, en el que hay difusión mutua en las interfaces entre dicha capa más baja y dicho material laminar intermedio, entre la capa A y la capa B en el material laminar intermedio, y entre dicha capa más alta y dicho material laminar intermedio.  
 55

Fig. 1

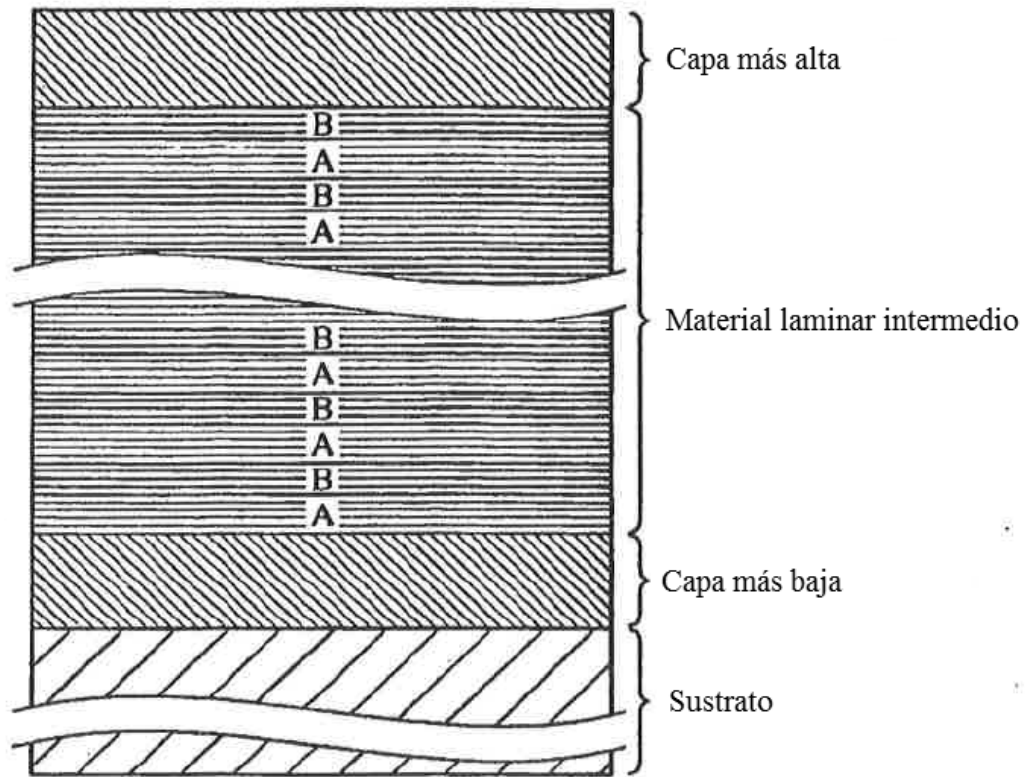


Fig. 2

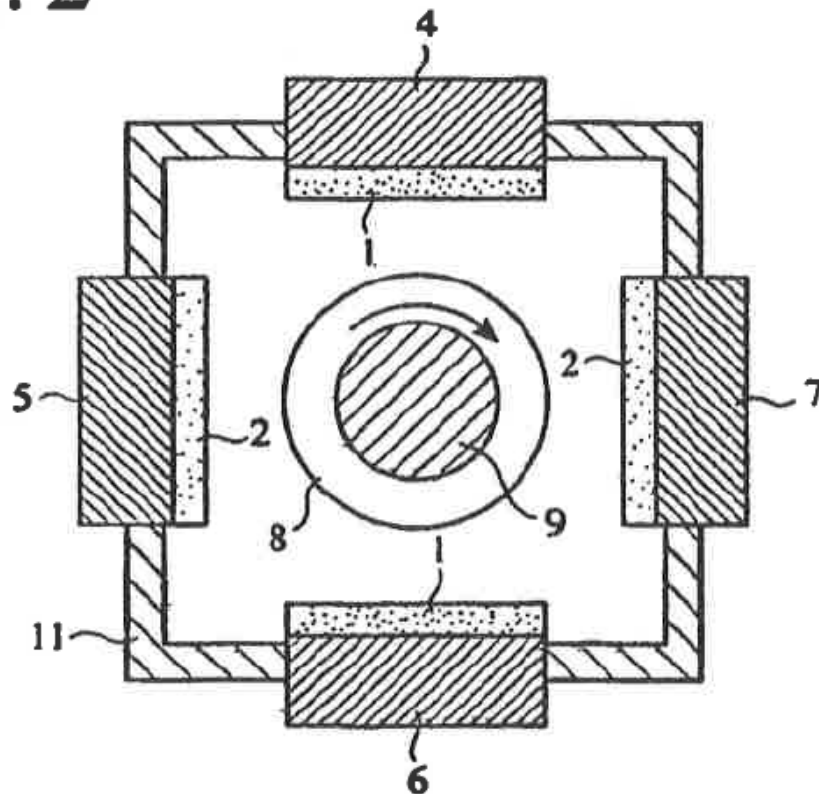


Fig. 3

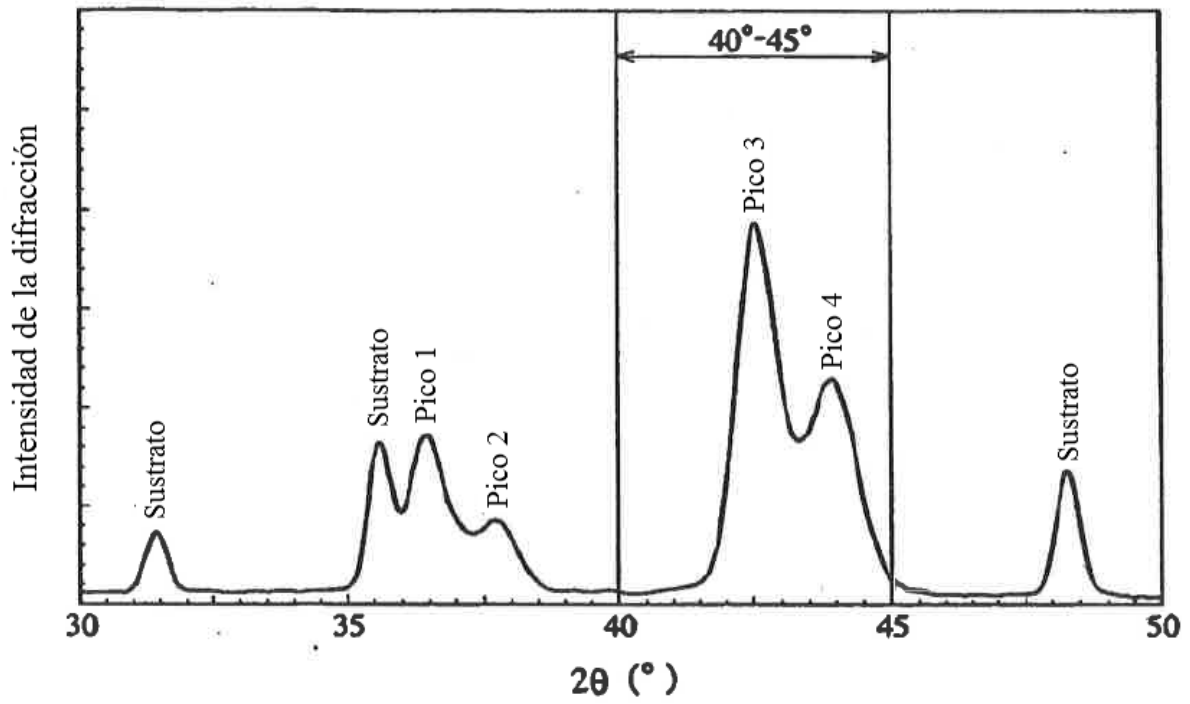


Fig. 4

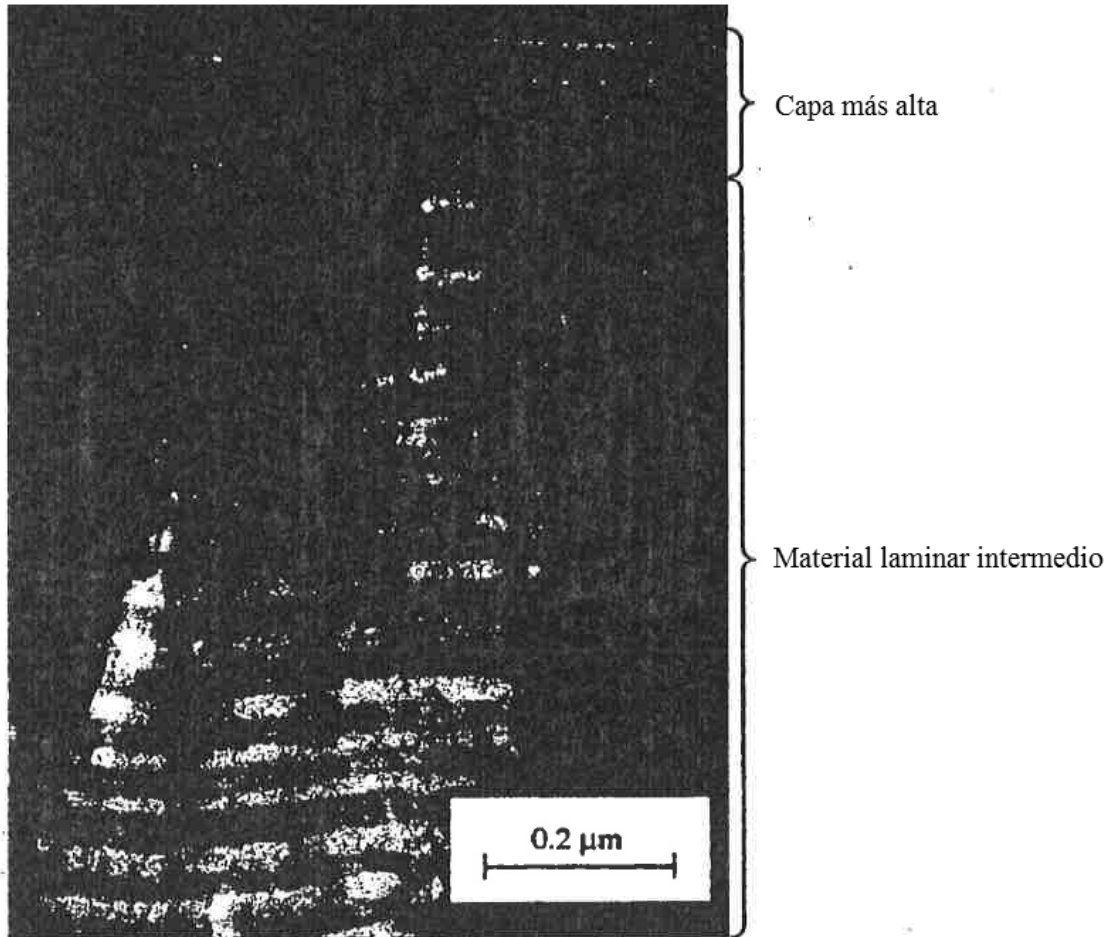


Fig. 5

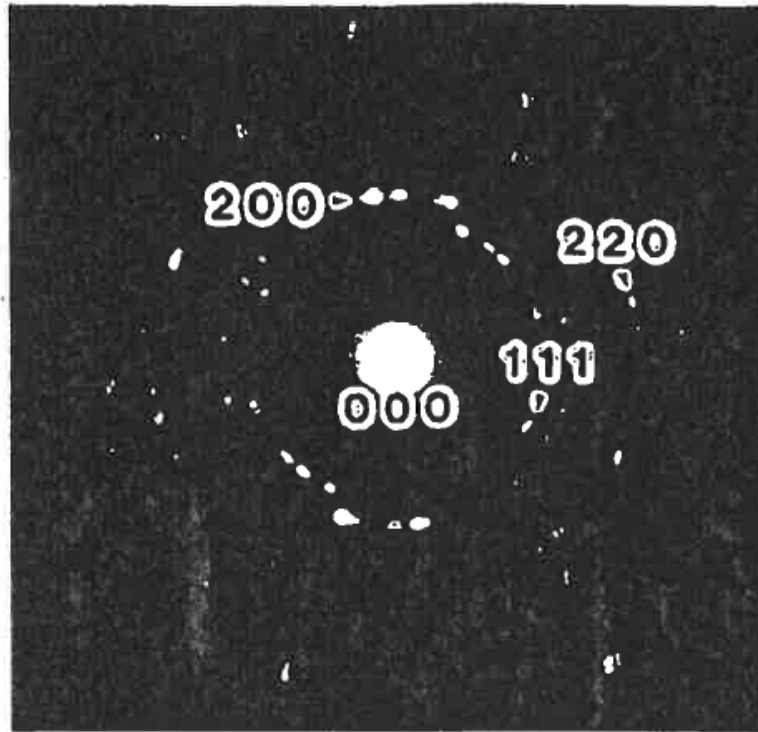


Fig. 6

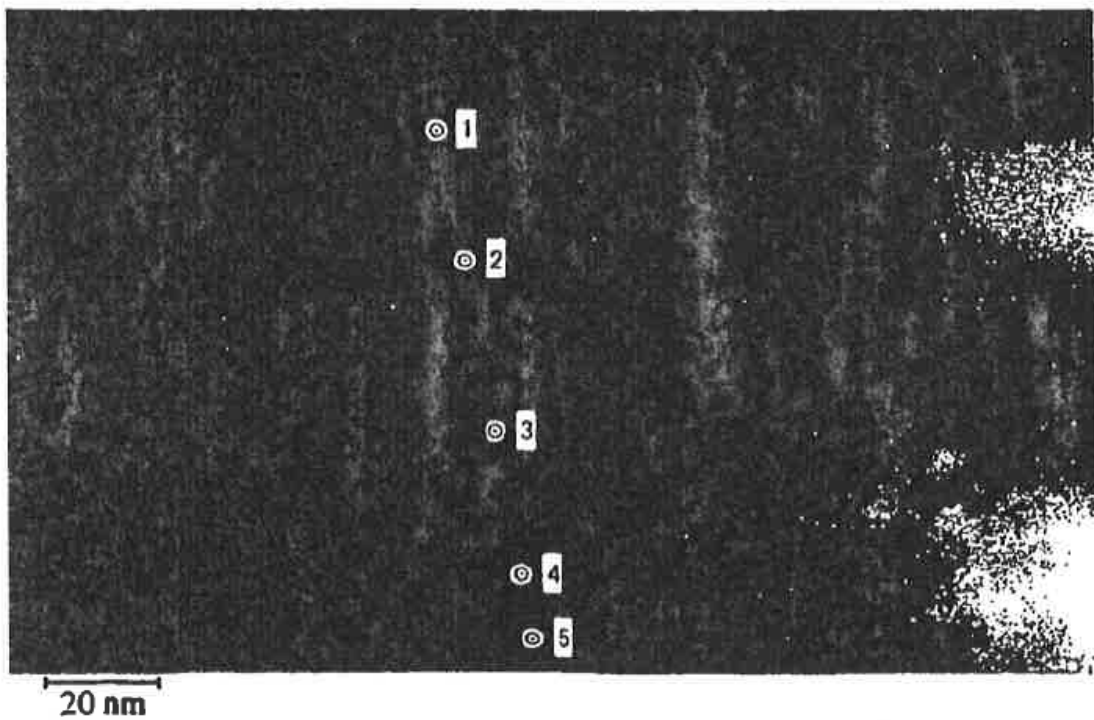


Fig. 7

