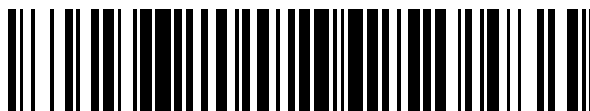


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 526 604**

51 Int. Cl.:

**C22C 29/00** (2006.01)

**B22F 5/00** (2006.01)

**B22F 1/02** (2006.01)

**C09K 3/14** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.05.1998 E 08007312 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.11.2014 EP 2009124**

54 Título: **Polvos duros con recubrimiento tenaz y artículos sinterizados de los mismos**

30 Prioridad:

**13.05.1997 US 46885 P**

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

**13.01.2015**

73 Titular/es:

**ALLOMET CORPORATION (100.0%)  
509 Hahntown-Wendel Road  
North Huntingdon PA 15642, US**

72 Inventor/es:

**TOTH, RICHARD EDMUND**

74 Agente/Representante:

**MILTENYI, Peter**

**ES 2 526 604 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**

Polvos duros con recubrimiento tenaz y artículos sinterizados de los mismos

**Antecedentes de la invención**

Referencia cruzada a la solicitud relacionada

5 La presente solicitud se basa en una solicitud provisional con n. ° de serie 60/046.885 presentada el 13 de mayo de 1997.

**Campo de la invención**

10 La presente invención se refiere a polvos cerámicos y materiales sinterizados compuesto por tales polvos. Tales materiales encuentran utilidad particular como elementos de formación de metales tales como herramientas de corte y formación de metales.

**Antecedentes de la invención**

15 Durante mediados de los años 1930, las aleaciones de acero para herramientas empezaron a sustituirse por herramientas de polvo de carburo de tungsteno sinterizado, que rápidamente se hicieron convencionales debido a su excelente dureza y alta tenacidad y resistencia mecánica transversal inherentes. La dureza de tales materiales mejoró la vida útil de la herramienta y la tenacidad y resistencia ayudaron a aumentar la productividad permitiendo mayores alimentaciones, velocidades y parámetros de forja más agresivos. El desarrollo de las herramientas de carburo y la disponibilidad comercial aumentaron significativamente tras la Segunda Guerra Mundial.

20 Incluso estos materiales finalmente se desgastan, y los mecanismos de tal desgaste todavía no se entienden completamente. El desgaste progresivo produce variación en los materiales que se están conformando, y como resultado de la necesidad de mantener las tolerancias dimensionales de la pieza, la herramienta debe sustituirse cuando ya no puede formar la pieza en la dimensión correcta. El tiempo o el número de piezas formadas antes de que se produzca esto determinan en última instancia el límite de la vida útil de la herramienta. La pérdida de productividad resultante durante el cambio de la herramienta y el reajuste del proceso, la producción defectuosa, la nueva realización del trabajo y los calendarios de entrega incumplidos han constituido un motivo principal para obtener materiales que proporcionen una vida útil más larga de la herramienta.

30 La vida útil de la herramienta se determina por su resistencia a varios tipos de desgaste, su respuesta a cargas pesadas y al choque. En general, cuando mayor es la tasa de eliminación de esquirlas (altas alimentaciones y velocidades), las presiones de formación y estirado, y más tiempo se mantiene la geometría de la herramienta, mejor es la herramienta. Las herramientas de corte y formación superiores deben ser simultáneamente duras, fuertes, rígidas y resistentes al desportillado, la fractura, la ruptura por calor, la fatiga, la reacción química con la pieza de trabajo y al desgaste por rozamiento. En consecuencia, las propiedades mecánicas deseables dominantes buscadas en una herramienta sinterizada son resistencia, dureza, alto módulo de elasticidad, tenacidad a la fractura, baja interacción química con la pieza de trabajo, y bajo coeficiente de fricción para ayudar a la formación de la pieza de trabajo mientras se reduce la acumulación térmica.

35 En los últimos años, la industria de la pulvimetalurgia (PM) ha aumentado significativamente debido a la capacidad de los polvos para fluir en frío en un molde de precisión. Esto permite que el molde vuelva a usarse, a menudo con un alto volumen, mientras se reduce espectacularmente el mecanizado, la formación y otras etapas del proceso porque la pieza sinterizada ya está muy próxima a su configuración deseada o "forma semifinal". Cada vez más estas piezas, ahora producidas principalmente de polvos de aluminio, hierro y cobre, requieren algunos de los mismos atributos deseables como herramientas. Por este motivo, muchos artículos de PM se someten a operaciones adicionales de forja, recubrimiento electrolítico, tratamiento térmico para desarrollar dureza, tenacidad, y resistencia localizadas. Muchas de estas piezas requieren resistencia al choque y a la abrasión que requieren las mismas propiedades mecánicas que las requeridas para las herramientas.

45 En las herramientas y los artículos duros, la resistencia al desgaste aumenta a expensas de la resistencia; actualmente, las mejores herramientas muestran los mejores compromisos, y por tanto su uso se limita a aplicaciones especiales.

Además del carburo de tungsteno, se ha encontrado que diversas aleaciones, técnicas de recubrimiento y combinaciones de ambas permiten, no sólo una vida útil de la herramienta más larga, sino también un aumento de las alimentaciones y velocidades de corte.

50 Por ejemplo, el documento US 5.106.392 A da a conocer partículas abrasivas de múltiples granos y artículos fabricados a partir de las mismas. Las partículas abrasivas de múltiples granos comprenden gránulos finos de nitruro de boro cúbico o diamante unidos por una matriz sinterizada de una o más capas de material de recubrimiento activo que está unido químicamente a la superficie subyacente. Estas partículas se obtienen sinterizando los gránulos recubiertos en condiciones relativamente suaves. El material de recubrimiento activo puede ser cualquier metal o

5 aleación que se une químicamente con la superficie del gránulo abrasivo o un recubrimiento sobre el mismo cuando se aplica. Los metales preferidos incluyen titanio, zirconio, hafnio, cobalto, vanadio, niobio, tantalio, silicio, cobre, cromo, níquel, molibdeno, tungsteno, y similares o mezclas de los mismos. Los boruros, nitruros, carburos y óxidos de estos diversos metales también son adecuados. Los ejemplos de las especies preferidas en esta clase incluyen los boruros, nitruros y carburos de titanio, zirconio, hafnio, vanadio, niobio, tantalio, molibdeno, cromo, tungsteno y silicio. Los materiales de recubrimiento activos particularmente preferidos incluyen carburo de titanio, nitruro de titanio y tungsteno. El recubrimiento sinterizable puede aplicarse mediante las mismas técnicas que aquéllas para materiales de recubrimiento activos, es decir, mediante deposición no electrolítica, deposición electrolítica, deposición a vacío y deposición química en fase de vapor.

10 La pulvimetalurgia y la sinterización han conducido al desarrollo de nuevos materiales con dureza y tenacidad mejoradas, y añadiendo un recubrimiento duro a la aleación sinterizada tal como mediante deposición química en fase de vapor (CVD), deposición física en fase de vapor (PVD), o deposición química en fase de vapor asistida por plasma (PACVD) se ha mejorado la resistencia al desgaste.

15 En la técnica anterior se enseña mucho sobre la preparación de recubrimientos sobre polvos, sustratos de recubrimiento, y otras mejoras sobre el material duro. La técnica anterior de los materiales para herramientas enseña seis enfoques que se conocen actualmente y son de uso general para lograr tales resistencia al desgaste y tenacidad mejoradas, teniendo cada uno beneficios significativos e inconvenientes significativos: (1) mezclar partículas de fase dura y tenaz, (2) recubrir por deposición química en fase de vapor (u otro) los sustratos sinterizados con capas de fase dura, (3) combinar los enfoques uno y dos, (4) obtener productos compactos ceraméticos (cerametal), (5) para un tipo especial de herramienta (medios de esmerilado y lijado), unir químicamente bajas concentraciones de partículas grandes de diamante o cBN para dar lugar a un sustrato abrasivo duro pero relativamente débil, y (6) materiales con función gradiente (FGM).

20 Ninguna de estas soluciones ha logrado la combinación esencial de propiedades de herramienta deseadas, y sólo el enfoque de deposición química en fase de vapor (CVD o PVD) es aplicable actualmente para algunas piezas mecánicas que requieren un aumento de la resistencia a la abrasión.

#### Mezcla de sistemas ternarios duros y tenaces

30 Pese a los muchos tratamientos auxiliares y a las variaciones que existen y que se enseñan en la técnica, la mezcla de partículas de aleación WC-TiN-Co duras con el polvo de carburo antes de la sinterización tiene varias desventajas. Dado que estas partículas más duras tienen baja solubilidad mutua con el aglutinante, la resistencia transversal del sustrato disminuye rápidamente por encima del 6-10 por ciento en peso de partículas duras. En consecuencia, también se reducen la dureza de superficie y la resistencia al desgaste, en comparación con un recubrimiento de superficie. El mecanismo de desgaste tampoco se mejora en gran medida porque las pocas partículas duras (menos de una de cada diez en la superficie en la que se necesitan), unidas débilmente al aglutinante, se desprenden enteras.

#### Recubrimientos mediante deposición química en fase de vapor (CVD).

40 Estos recubrimientos externos duros de capas de cerametal e intermetálicas duras sobre aceros para herramientas o sustratos de artículos sinterizados (tras la sinterización) son apreciados por la alta dureza de superficie que confieren, mostrando normalmente valores de 2400 Vickers (TiN) a 5000 Vickers (nitruro de boro cúbico) a 9000 (diamante). Sin embargo, de todos los tratamientos auxiliares, variaciones y ayudas a la sinterización que existen y se dan a conocer en la técnica, incluyendo capas de recubrimiento adicionales, estructuras de sustrato alterado localmente, y recubrimientos o dopantes que reducen del tamaño de grano, la solución del recubrimiento externo tiene varias desventajas principales, incluyendo la deslaminación y agrietamiento del recubrimiento en uso (a partir de diferentes tasas de expansión térmica del sustrato y el recubrimiento y de las cargas de superficie y flexión) y las altas temperaturas del proceso de CVD requeridas (900°C -1200°C) que pueden no ser compatibles con el tratamiento térmico necesario para la resistencia o la geometría de la pieza sinterizada.

50 El recubrimiento mediante CVD convencional de artículos ya sinterizados con varios recubrimientos o capas diferentes permite que resistan dos o tres retos únicos de la pieza de trabajo. Pero puesto que cada capa debe depositarse secuencialmente, el uno o dos recubrimientos especiales restantes deben permanecer cubiertos hasta que las capas exteriores se hayan desgastado. Por tanto, sólo puede satisfacerse al mismo tiempo uno de los retos simultáneos del diseño del recubrimiento de sustrato.

55 Algunas categorías de herramientas, tales como boquillas y troqueles de estirado, son incluso más prohibitivamente caras debido a que hay un coste adicional para garantizar que el vapor de CVD se haga circular de manera adecuada a través del orificio del troquel para la deposición de un recubrimiento, donde más se necesita. La difusión del gas de CVD es lenta y la penetración normalmente es de 0,5 a 10 micrómetros o menos. En primer lugar, a estos espesores, el recubrimiento se desgasta hasta el carburo subyacente antes de que se haya consumido la mayor parte de la tolerancia del diámetro del tubo o cable. En segundo lugar, la reutilización normal de los troqueles con diámetros más grandes debe realizarse sin el recubrimiento duro. En muchos casos, la prolongación de la vida útil total de la herramienta no puede ser proporcional al coste añadido de CVD.

Actualmente, los recubrimientos externos constituyen la solución comercial más común para mejorar el rendimiento de productos de carburo de tungsteno sinterizados sencillos. El aumento del espesor de la deposición de las capas externas para obtener una vida útil mayor tiene un rendimiento decreciente; tiende a aumentar la propensión al agrietamiento y a redondear los bordes afilados de la herramienta, afectando adversamente a la geometría del troquel o al corte óptimos.

Mezclas y recubrimientos combinados

El recubrimiento mediante CVD y la mezcla de partículas de aleación duras, una combinación de (1) y (2) anteriores da beneficios añadidos muy limitados mientras que tiene los mismos inconvenientes.

Cerametales.

10 Los cerametales son partículas cerámicas dispersas en una matriz de carburo u óxido metálico. Los cerametales combinan la resistencia a la alta temperatura de los materiales cerámicos con la tenacidad y ductilidad de los carburos. Tienen un precio aproximadamente igual que el carburo de tungsteno sencillo, y el desgaste es aproximadamente el mismo, excepto por los ligeros cortes de acabado, donde supera el resultado del carburo sencillo.

15 Materiales compuestos abrasivos sinterizados

El cuarto enfoque, que se enseña en el libro del Dr. Randall M. German, Liquid Phase Sintering, Plenum Press, New York 1985 (y puesto en práctica en Rusia muchos años antes) crea una clase de materiales compuestos superabrasivos para medios de esmerilado y lijado y herramientas de aplicación de habitáculo.

20 Tales materiales compuestos se producen mezclando partículas de diamante (o nitruro de boro cúbico, cBN) y polvos de cobalto o capturándolos en un depósito de galvanoplastia de metal (níquel) y prensando éstas en caliente a temperaturas inferiores. Una alternativa es recubrir el diamante (o cBN) con una capa intermedia de un material formador de carburo de metal de transición (que humedece el diamante) y unirlos químicamente a otros con un aglutinante de metal no humectante pero dúctil de bajo punto de fusión, tal como cobalto, hierro o níquel. El metal de transición se aplica únicamente como puente químico en espesores que no están destinados a soportar carga mecánica estructural. Los metales usados como la matriz de aglutinante principal tienen buena sinterabilidad pero puntos de fusión, módulos de elasticidad y resistencias relativamente bajos. Tales materiales tienen propiedades deseables en aplicaciones abrasivas. En la mayoría de estas aplicaciones el diamante representa del 10 al 60 por ciento en volumen del material compuesto. Los recubrimientos de aglutinante tienen varios micrómetros de espesor, para ayudar al procesamiento a bajas temperaturas (para evitar la degradación granítica del diamante) y diluir el contenido de diamante, pero con un gran perjuicio de las propiedades mecánicas. Las propiedades de estos materiales compuestos se rigen por las consideraciones químicas, no por las consideraciones mecánicas de módulo de elasticidad, resistencia, o tenacidad a la fractura. En consecuencia, con el gran tamaño de partícula del diamante y la gran concentración de aglutinante, las propiedades mecánicas del material compuesto se determinan por la regla de las mezclas. Las composiciones se seleccionan para garantizar que las partículas de diamante se separan en la microestructura final, garantizando que puede haber poca interacción diamante-diamante. Hay poca amplificación de la ventaja mecánica como la que se encuentra en el intervalo de tamaño de grano de un micrómetro a nanoescala de los carburos sinterizados.

40 Los requisitos para las herramientas de esmerilado son granos relativamente grandes (de 50 a 600 micrómetros) para aumentar la eliminación del metal, la unión de estas partículas a una muela, la separación adecuada entre partículas (baja concentración de partículas con grandes ligamentos de fase de aglutinante) para permitir la eliminación de las partículas de la pieza de trabajo, y larga conservación de la geometría de la muela de esmerilado. Tales materiales forman metales mediante el desgaste de la pieza de trabajo mediante el mero diferencial en la dureza entre las partículas abrasivas y la propia pieza de trabajo. Tales materiales compuestos abrasivos se usan a veces en herramientas de corte usadas en materiales de alta dureza cuya especialidad es el mecanizado a una velocidad relativamente alta pero con tasas de eliminación de esquirlas (carga) muy bajas. (Véase la figura 6). La acción de corte de las herramientas de corte de diamante es muy diferente de la de las herramientas de carburo cementado. La limitación de los diamantes o los materiales compuestos en las herramientas de corte proviene de su comportamiento en el corte. Tales materiales compuestos funcionan como abrasivos, donde generalmente actúan desgastando la pieza de trabajo, en lugar de eliminando esquirlas bajo una carga pesada. De este modo, la partícula de diamante muy dura se mantiene mediante una unión a la tracción. Mientras se desliza a través de la pieza de trabajo, el diamante queda expuesto para cortar la superficie opuesta, pero resiste el desgaste mientras que la matriz se erosiona y expone progresivamente el diamante. El diamante que sobresale es el que realiza el corte siempre que siga siendo afilado. Cuando el diamante se queda sin punta, se redondea y la matriz está diseñada para fallar. De esta manera, la pieza de trabajo arranca el diamante y la matriz se erosiona hasta que otro diamante queda expuesto.

55 Los materiales compuestos abrasivos duros, quebradizos de este tipo también se usan en algunas aplicaciones de tipo herramienta tales como brocas y sierras de albañilería. También se encuentran en troqueles de estirado de hilos de alto coste, y en algunas herramientas de corte en la que se permite su rendimiento por la presencia de acero u

otro refuerzo fuerte.

Materiales con función gradiente (FGM).

El problema con los artículos recubiertos es la incompatibilidad entre las propiedades mecánicas, químicas o térmicas de la capas. Para corregir este problema proporcionando una transición gradual entre capas incompatibles, los FGM tienen una o más de las variables siguientes: composición química, microestructura, densidad o formas variables del mismo material. Otro fin es como recubrimiento para modificar las propiedades eléctricas, térmicas, químicas u ópticas del sustrato sobre el que se aplica el FGM. Las principales desventajas de tales materiales son su tendencia a fallar en ubicaciones en las que las propiedades cambian y la dificultad para fabricar tales materiales.

**Sumario de la invención**

El principal objetivo de la presente invención es crear materiales particulados sinterizables denominados polvos duros con recubrimiento tenaz (TCHP) que proporcionan un valor aumentado con respecto al artículo duro y los materiales para herramientas conocidos actualmente. Las partículas y los artículos compuestos por las mismas combinan las mejores propiedades mecánicas de resistencia, dureza, alto módulo de elasticidad, tenacidad a la fractura, baja interacción con la pieza de trabajo, y bajo coeficiente de fricción que existen por separado en los materiales convencionales en un artículo de propiedades inigualables.

Un objeto adicional de la invención es reducir el coste de proporcionar tales materiales a los usuarios. Por ejemplo, las piezas de inserción de la herramienta deben proporcionarse con una variación geométrica considerable para ajustarse a los diversos portaherramientas. Además, los materiales para herramientas disponibles actualmente deben diseñarse para aplicaciones muy específicas. Por tanto, para cada una de esas variantes geométricas, también deben ofrecerse elecciones de material (no recubierto, recubierto con CVD, recubierto con PVD, cerametal, cerámico, cBN policristalino, diamante policristalino). La combinación de variaciones geométricas y de material requiere catálogos caros, redundancia innecesaria en la fabricación de herramientas, existencias de usuario y proveedor costosas con empaquetamiento e identificación únicas, y esfuerzo de ventas para explicar y vender el confuso conjunto a los usuarios. Otro objeto de la presente invención es reducir los desechos y el coste asociados con el presente sistema proporcionando herramientas de fin más general, de rendimiento superior a coste razonable.

Además, el procedimiento para obtener las realizaciones de producto de la invención tiene el objeto de reducir el coste de producción de los artículos obtenidos según la invención.

Otro objeto es proporcionar una reducción de coste significativa ampliando la vida útil del artículo por primera vez y disminuyendo el coste de fabricación de los productos que tocan. El hecho de que los artículos de la presente invención sean macroscópicamente homogéneos, en lugar de recubiertos, ofrece a los usuarios o a los proveedores la oportunidad de volver a someter a esmerilado y reutilizar económicamente los artículos inicialmente desgastados.

Todavía otro objeto de la invención es proporcionar las mismas propiedades mecánicas de alto rendimiento de los materiales de la presente invención a otras aplicaciones de artículos duros.

Otro objetivo de la presente invención es proporcionar un material que tenga resistencia al desgaste y tenacidad mejoradas para su uso en una amplia selección de artículos incluyendo herramientas (tales como troqueles de estirado, troqueles de extrusión, troqueles de forja, troqueles de corte y estampación, formas, rodillos formadores, moldes por inyección, cizallas, taladros, tornos y fresadoras, sierras, fresas matrices, husillos, escariadores, machos para roscar y troqueles); piezas mecánicas individuales (tales como engranajes, levas, cojinetes, boquillas, juntas, asientos de válvula, impulsores de bomba, cabrestantes, poleas, superficies de rodadura y desgaste); componentes cosinterizados solidarios para sustituir piezas de acoplamiento (cojinetes, bielas de motor de combustión interna) y/o para proporcionar zonas de superficie dura en las piezas mecánicas de metal en polvo (P/M) sustituidas para piezas de acero mecanizado o forjado por zonas tratadas térmicamente (tales como árboles de levas, piezas de transmisión, piezas de impresora/copiadora); artículos industriales pesados (tales como brocas, dientes para equipo de minería y movimiento de tierras, rodillos calientes para acerías); y componentes electromecánicos (tales como cabezales de lectura de dispositivos de memoria, imanes especializados). Además de proporcionar tales artículos novedosos, los objetivos principales de la invención son proporcionar materiales particulados compuestos novedosos (es decir, TCHP), métodos novedosos para producir tales materiales, y métodos novedosos para fabricar artículos a partir de tales materiales.

Para lograr estos y otros objetos se proporciona un material sinterizado según la reivindicación 1, que comprende una pluralidad de partículas de núcleo que consisten en nitruro de boro cúbico.

Una capa intermedia rodea cada una de las partículas de núcleo y consiste en WC o W<sub>2</sub>C. La capa intermedia tiene una tenacidad a la fractura relativa superior a la del nitruro de boro cúbico y puede unirse con las partículas de núcleo y también puede unirse con hierro, cobalto o níquel. La partícula de núcleo con la capa intermedia sobre la misma forma varias partículas recubiertas. Una capa exterior se superpone a la capa intermedia sobre las partículas recubiertas y funciona como aglutinante. Está compuesta por hierro, cobalto, níquel, sus mezclas, sus aleaciones o sus compuestos intermetálicos.

5 Preferiblemente, las partículas recubiertas tienen un tamaño medio de partícula inferior a  $2\ \mu\text{m}$  y lo más preferiblemente inferior a  $1\ \mu\text{m}$ . También se prefiere que la capa intermedia tenga un espesor, tras la sinterización, en el intervalo de desde el 5% hasta el 25% del diámetro de las partículas de núcleo. También se prefiere que la capa exterior tenga un espesor tras la sinterización en el intervalo de desde el 3% hasta el 12% del diámetro de las partículas recubiertas. Se cree que con un espesor de este tipo de la capa exterior, los campos de deformación asociados con dislocaciones en una partícula recubierta se transmiten a través de la capa de aglutinante exterior a la capa intermedia inmediatamente adyacente.

10 Realizaciones preferidas del material sinterizado de la invención son el objeto de las reivindicaciones dependientes 2 a 4. La capa intermedia tiene preferiblemente un espesor, tras la sinterización, en el intervalo de desde el 5% hasta el 25% del diámetro de las partículas de núcleo. Una capa exterior que comprende cobalto o níquel se superpone a la capa intermedia y esa capa exterior tiene un espesor tras la sinterización en el intervalo de desde el 3% hasta el 12% del diámetro de las partículas recubiertas. La combinación de las partículas de núcleo, capa intermedia y capa exterior que forman una partícula recubierta, que tiene preferiblemente un tamaño medio de partícula inferior a  $1\ \mu\text{m}$ .

15 Otro aspecto de la presente invención se resuelve mediante un polvo según la reivindicación 5. Las realizaciones preferidas del polvo son el objeto de las reivindicaciones dependientes 6 a 10. Preferiblemente, las partículas recubiertas tienen un tamaño medio de partícula inferior a  $2\ \mu\text{m}$  y lo más preferiblemente inferior a  $1\ \mu\text{m}$ . También se prefiere que la capa que rodea a las partículas de núcleo tras la sinterización tenga un espesor en el intervalo de desde el 3% hasta el 200% del diámetro de las partículas de núcleo.

20 Las composiciones preferidas de las partículas de núcleo y capa circundante (la capa intermedia) son las mismas para la realización de polvo que para el artículo sinterizado.

También se prefiere que la capa de aglutinante exterior consista en cobalto, níquel, hierro, sus mezclas, sus aleaciones o sus compuestos intermetálicos depositados sobre la superficie exterior de la segunda capa de compuesto metálico en forma de una capa continua.

#### Breve descripción de los dibujos

25 Los dibujos adjuntos se incluyen para proporcionar una comprensión adicional de la invención y se incorporan en y constituyen una parte de esta memoria descriptiva, y junto con la descripción sirven para explicar los principios de la invención.

La figura 1 es una representación esquemática de un material sinterizado.

30 La figura 2 es una fotomicrografía obtenida con un microscopio electrónico de barrido de una sección transversal de un material sinterizado formado según un aspecto de la presente invención a un aumento de 20.000X.

La figura 3 es una representación esquemática de un dispositivo para formar los polvos según un aspecto de la presente invención.

35 La figura 4 es una representación esquemática del interior del dispositivo de la figura 3 que representa el movimiento de las partículas dentro de un dispositivo de este tipo durante la deposición de la capa intermedia mediante deposición química en fase de vapor.

La figura 5 es una vista de extremo de un componente en una realización preferida del dispositivo de las figuras 3 y 4.

La figura 6 es una representación gráfica del dominio de funcionamiento del material sinterizado de la presente invención, cuando se usa como una herramienta de corte, en relación a los materiales convencionales.

40 La figura 7 es una compilación de las propiedades de los materiales sinterizados descritos en los ejemplos.

#### Descripción de las realizaciones preferidas

Tal como se realiza en el presente documento, la presente invención es un nuevo tipo de material formado de polvos. Según la invención el polvo está compuesto por una pluralidad de partículas de núcleo. Se pretende que las partículas de núcleo confieran sus propiedades físicas a toda la estructura de polvo.

45 Tal como se realiza en el presente documento, las partículas de núcleo de los polvos consisten en un primer compuesto estequiométrico. El compuesto del núcleo consiste en cBN. Tal material puede usarse en forma de polvos, fibras cortas monocristalinas, cristales, filamentos o similares disponibles comercialmente, ya que la forma de la partícula de núcleo puede ser técnicamente significativa. Además, tal compuesto es duro, resistente al desgaste y químicamente resistente a la mayoría de los entornos y piezas de trabajo. De manera significativa, para la presente invención, el material de núcleo puede quedar expuesto, por ejemplo, cuando el polvo se sinteriza para formar una herramienta de corte, el artículo sinterizado se forma por esmerilado, lapeado y pulido para formar la forma de artículo final. Esto elimina la capa intermedia de material sobre las partículas de núcleo y expone el núcleo de las partículas a la pieza de trabajo que se está mecanizando. Tal como se dará a conocer más completamente más

adelante, esto supone una ventaja significativa. Además, la partícula de núcleo se cubre con una capa de otro compuesto denominada capa intermedia. Por tanto, el material de la partícula de núcleo debe tener un grado de compatibilidad con el material que forma la capa intermedia aplicada a la misma y debe tener una composición diferente a la de la capa intermedia.

5 La realización de polvo de la presente invención incluye una capa intermedia aplicada a la superficie exterior de la partícula de núcleo. La capa intermedia consiste en un segundo compuesto, es decir, uno diferente en composición del primer compuesto metálico que forma el núcleo de la partícula. El compuesto de la segunda capa intermedia tiene una tenacidad a la fractura relativa superior a la del material que forma el núcleo. Además, el segundo compuesto metálico debe poder unirse al primer compuesto metálico y poder unirse a hierro, cobalto, níquel, sus mezclas, sus aleaciones o sus compuestos intermetálicos. El segundo compuesto metálico consiste en WC o W<sub>2</sub>C. Tal como se dará a conocer más adelante, la combinación de una capa intermedia relativamente tenaz y resistente y de un núcleo duro proporciona un polvo y un material sinterizado formado a partir del mismo con propiedades mecánicas excepcionales. Esto también es el caso con el tamaño y los espesores de capa que proporcionan propiedades que no explica la norma clásica de los cálculos de mezclas. Esto se describirá más completamente en la parte de la memoria descriptiva que trata de los artículos sinterizados. En cualquier caso, se prefiere que las partículas recubiertas tengan un tamaño medio de partícula inferior a 2 µm y lo más preferiblemente inferior a 1 µm. También se prefiere que la capa intermedia tenga un espesor en el intervalo de desde el 5% hasta el 25% del diámetro de las partículas de núcleo.

20 El espesor de la capa intermedia tiene un efecto significativo sobre las propiedades mecánicas de los artículos realizados a partir de la misma. Se cree que cuando las partículas recubiertas (el núcleo con una capa intermedia sobre el mismo) tienen un diámetro de partícula promedio, medido gráficamente en una fotomicrografía de una sección transversal usando el método del recorrido libre medio, inferior a 2 µm, se intensifica la resistencia al movimiento de dislocación dentro de las partículas sinterizadas adyacentes, mejorando las propiedades mecánicas del artículo sinterizado. Incluso usando un enfoque mecánico clásico, usando análisis de elementos finitos, es evidente que aumentando el espesor de una cubierta esférica de WC que rodea a una esfera de TiN desde aproximadamente 0,1 µm hasta aproximadamente 0,4 µm se aumenta la tenacidad teórica en más del 40%.

Además se prefiere que la capa intermedia tenga un espesor, antes de la sinterización, en el intervalo de desde el 3% hasta el 200% del diámetro de las partículas de núcleo. Durante la sinterización puede haber una reducción del espesor de la capa intermedia debido a la interacción con el material de núcleo, la interacción partícula/partícula, el fenómeno de crecimiento y límite de grano. Por tanto, para lograr el espesor deseado de la capa intermedia en el artículo sinterizado final, puede ser necesario tener un espesor inicial que sea de hasta el 300% del diámetro de la partícula de núcleo.

35 Una forma preferida del polvo tendría una capa de aglutinante exterior aplicada al mismo. De manera convencional, se aplican aglutinantes metálicos a las partículas de compuesto metálico moliéndolas con polvos metálicos. Esta operación física es larga y cuando sólo un porcentaje menor de los polvos que se están moliendo (por ejemplo, el 6%) son del metal aglutinante, el tiempo para extender el metal aglutinante sobre la superficie del 94% restante de las partículas afecta adversamente a la economía de formación de artículos sinterizados usando aglutinantes metálicos y puede dañar las partículas recubiertas. La presente invención contempla aplicar tales partículas como un recubrimiento uniforme sobre el exterior de las partículas de compuesto metálico en forma de una capa continua. Según la invención, la capa de aglutinante consiste esencialmente en un metal seleccionado del grupo que consiste en: hierro, cobalto, níquel, sus mezclas, sus aleaciones y sus compuestos intermetálicos. Preferiblemente, la capa continua de aglutinante se deposita mediante deposición química en fase de vapor, pulverización catódica, recubrimiento no electrolítico, galvanoplastia, deposición física en fase de vapor, deposición de carbonilo, deposición por pulverización de disolución, o deposición física en fase de vapor asistida por plasma. Puesto que el cobalto y el níquel son compatibles con las especies preferidas del material de partícula de núcleo y con los materiales preferidos para la capa intermedia y tienen propiedades a alta temperatura superiores, constituyen las composiciones de metal aglutinante preferidas.

50 Otra realización de la presente invención es un material sinterizado. Un material sinterizado de este tipo está compuesto por una pluralidad de partículas de núcleo que consisten en BN cúbico como primer compuesto.

Preferiblemente el primer compuesto es predominantemente estequiométrico. Tal compuesto es duro y tiene otras ciertas propiedades mecánicas útiles, pero tiene tenacidad a la fractura limitada (la capacidad para detener una grieta que se propaga).

55 La selección de las composiciones para las diferentes partes de las partículas puede basarse en información convencional en cuanto a las características conocidas de los materiales candidatos a nivel macroscópico. Por ejemplo, se sabe que puede estimarse el desgaste por difusión para diversos materiales considerando su energía libre convencional de formación a la temperatura de operación.

También es posible que las partículas de núcleo sean una pluralidad de compuestos metálicos diferentes siempre que cada uno sea compatible y diferente del material que comprende la capa que cubre las partículas de núcleo. De

esta forma, las propiedades de un artículo compuesto por el material sinterizado, cuando las partículas de núcleo se exponen por la eliminación de una parte de la capa intermedia que recubre, se determinan principalmente por las propiedades de la partícula de núcleo, su concentración en el material sinterizado, y sus combinaciones. Por ejemplo, si se desea formar el artículo sinterizado en una pieza de inserción de corte, el artículo sinterizado puede someterse a esmerilado y conformación mediante EDM (mecanizado por electrodescarga) para exponer las partículas de núcleo. El material de núcleo preferido es nitruro de boro cúbico (cBN), sin embargo, esta realización requiere tamaño y espesor específicos de partículas y capas para obtener el potencial de la partícula de núcleo de cBN. Se cree que la extraordinaria dureza del cBN debe integrarse en el artículo mediante el uso de una capa circundante que porte la carga de otro compuesto de una composición y espesor de manera que la partícula estratificada resultante, cuando se sinterice, tendrá propiedades de ingeniería útiles como estructura además de su uso como abrasivo.

Esta realización del material sinterizado incluye una capa intermedia sobre cada una de las partículas de núcleo de cBN que consiste en WC o W<sub>2</sub>C.

Esta realización incluye además una capa exterior que recubre la capa intermedia sobre las partículas recubiertas. La función de la capa exterior es formar un aglutinante y unir las partículas recubiertas a temperaturas y tiempos de sinterización razonables en un material sinterizado denso. Tal como se realiza en el presente documento, la capa exterior funciona como un aglutinante. Está compuesta por hierro, cobalto, níquel, sus mezclas, sus aleaciones o sus compuestos intermetálicos. Como se observó anteriormente con respecto a la realización de polvo la presente invención contempla aplicar tales aglutinantes como un recubrimiento uniforme sobre el exterior de las partículas de compuesto metálico en forma de una capa continua.

El tamaño de las partículas de núcleo cubiertas con la capa intermedia (denominadas juntas "las partículas recubiertas") tiene un efecto significativo sobre las propiedades mecánicas del material sinterizado y los artículos preparados a partir del mismo.

Como se observó anteriormente en la descripción relativa al polvo, se prefiere que las partículas recubiertas tengan un tamaño medio de partícula inferior a 2 μm y preferiblemente inferior a 1 μm. También se prefiere que la capa intermedia tenga un espesor, tras la sinterización, en el intervalo de desde el 5% hasta el 25% del diámetro de las partículas de núcleo. Además se cree que el espesor de la capa de aglutinante también afecta a las propiedades del material sinterizado.

Se prefiere que la capa de aglutinante exterior tenga un espesor tras la sinterización en el intervalo de desde el 3% hasta el 12% del diámetro de dichas partículas recubiertas.

Se cree que un material sinterizado que tenga tales dimensiones tiene propiedades mejoradas porque los campos de deformación asociados con dislocaciones en una partícula recubierta se transmiten a través de la capa intermedia a la partícula de núcleo inmediatamente adyacente. Se sabe que la invención puede operarse teniendo la capa intermedia un espesor, tras la sinterización, en el intervalo de desde el 3% hasta el 200% del diámetro de las partículas de núcleo, sin embargo, se prefiere un espesor en el intervalo de desde el 5% hasta el 25%.

Se sabe que la tenacidad aumentada es el resultado normal de disminuir el tamaño de grano. El diámetro preferido de la partícula de núcleo está en el intervalo de 0,1 nanómetros a 1,0 micrómetros. Este intervalo de tamaños de partícula interacciona con el espesor de la capa intermedia.

La resistencia de una sustancia cristalina depende de la unión atómica y de la estructura de dislocación. Las dislocaciones son defectos de la red atómica lineal que normalmente son fijos e inmóviles. En una mezcla de dos materiales cristalinos unidos atómicamente, hay estimaciones de límite superior e inferior del módulo de elasticidad del material compuesto calculado según la regla de mezclas y la regla de mezcla inversa. Sometido a una carga creciente, el material se deforma elásticamente hasta que las dislocaciones en los granos comienzan a fluir o deslizarse, lo que conduce al comienzo de la deformación permanente y al límite de la resistencia útil. A tamaños de partícula de aproximadamente un micrómetro e inferiores, se desarrollan resistencias excepcionalmente altas en tales materiales, debido principalmente a las tensiones de dislocación de imagen.

Existe un campo de deformación cilíndrico alrededor de cada dislocación que se extiende hacia fuera al interior de la red circundante. Teóricamente, este campo de deformación alrededor de cada dislocación debe equilibrarse mediante campos de deformación opuestos, de otro modo la dislocación se desplazará de las superficies. Cuando el tamaño de cristal es grande en comparación con su campo de deformación, no se crea tensión de imagen alrededor de una dislocación a menos que sea en la superficie del cristal. En un material sinterizado que tiene un aglutinante que une una pluralidad de partículas cristalinas, la tensión de imagen se ajusta a la resistencia inferior de la matriz de aglutinante, pero para los cristales grandes ésta es una corrección trivial puesto que la mayoría de las dislocaciones no están cerca de una superficie.

En partículas policristalinas submicrométricas, el campo de deformación puede extenderse en granos vecinos, cuya red atómica probablemente no está alineada con la del grano del campo de deformación. Este campo de deformación de equilibrado fuera de la superficie del grano limita el movimiento de la dislocación, limitando así el rendimiento. A medida que el tamaño de los granos disminuye adicionalmente, hay más dislocaciones cerca de las



superficies y la resistencia puede disminuir.

Se cree que cuando el espesor de la capa intermedia y la capa de aglutinante que conectan las partículas recubiertas en un material sinterizado son lo bastante finas, entonces el campo de deformación pasa realmente a través de la matriz de aglutinante y al interior de partículas vecinas. Esto crea una alta resistencia que es independiente del material de ligamento (en este caso aglutinante) entre partículas recubiertas duras. En otras palabras, las propiedades mecánicas del artículo sinterizado son independientes de las propiedades de la fase de aglutinante, suponiendo que es cristalina y muy fina.

El espesor de la capa intermedia también debe ser lo bastante espeso con respecto al núcleo con el fin de crear una matriz de soporte celular mecánica a través de la totalidad, y alrededor, de las partículas de núcleo. Más allá de este objetivo y el aumento de resistencia a la tensión de la imagen esperada con polvos de núcleo de 1,0 micrómetros y más pequeños, pueden lograrse propiedades de resistencia sorprendentes en las aleaciones TCHP sinterizadas, aparentemente debido a la interacción del tamaño de partícula, las propiedades del material de núcleo, y las propiedades y espesores de la capa intermedia y el aglutinante.

Aún no se entiende completamente el motivo para esto, pero un recubrimiento de carburo de tungsteno (WC) del 5 al 10 por ciento de una partícula de núcleo de 1,0 micrómetros o más pequeña es realmente muy fino, y puede actuar como si fuese por sí mismo una partícula de fase tenaz mucho más pequeña (de 50 a 100 nanómetros), alcanzando de manera eficaz propiedades mecánicas de nanoescala a tamaños de partícula significativamente más grandes y más manejables.

La estructura de TCHP con un tamaño de partícula de núcleo dura pequeña y cubiertas de nanoescala tenaces separadas mediante ligamentos de cobalto finos inferiores a un micrómetro entre granos, maximiza la elasticidad, dureza, tenacidad a la fractura y resistencia. Lo más interesante es la posible pérdida del carácter de "material compuesto" en las propiedades mecánicas de TCHP sinterizado debido a los ligamentos de aglutinante finos. Incluso con un material de baja dureza (tal como cobalto) la imagen se tensiona desde dislocaciones cerca de la superficie (y todas son superficies cercanas con granos submicrométricos), las propiedades del material compuesto son superiores a lo que es posible en materiales compuestos abrasivos. También puede ser que a medida que los ligamentos de matriz de aglutinante se vuelven muy finos y la resistencia del material compuesto se vuelve independiente de las propiedades plásticas del aglutinante de cobalto, la resistencia estructural de los recubrimientos celulares puede predominar y acercarse realmente a la de WC.

La presente invención proporciona materiales particulados metálicos sinterizables que pueden diseñarse mediante ingeniería para proporcionar un equilibrio óptimo de propiedades (por ejemplo, tenacidad, resistencia, bajo coeficiente de fricción y dureza). Las mejoras de funcionamiento que pueden esperarse en troqueles y otras herramientas fabricadas a partir de TCHP son triples: (a) un coeficiente de fricción inferior en la superficie de contacto entre la pieza de trabajo y la herramienta, proporcionando una reducción del calor, desgaste y formación de cráteres, y requiriendo menos energía de procesamiento y uso auxiliar de lubricantes exteriores, dando como resultado en última instancia una vida útil más larga de la herramienta y un mejor control del procedimiento; (b) una baja reactividad con hierro, reduciendo la pegajosidad y difusión, flanqueo o desgaste del troquel, y ampliando a su vez la vida útil del troquel de extracción; y (c) una microestructura de herramienta sinterizada en la que el material de recubrimiento tenaz, resistente (por ejemplo, WC) sobre las partículas forma una macroestructura de soporte celular para la herramienta mientras que, al mismo tiempo, proporciona una capa protectora que se ajusta perfectamente y se une estrechamente para los núcleos particulados duros (de cBN), sujetándolos en su posición y permitiendo una exposición y retención de fase dura óptimas en la superficie de la herramienta resistente al desgaste. Esto es contrario a los artículos producidos mediante métodos convencionales (en los que la resistencia de aglutinante relativamente baja que existe entre las partículas y el aglutinante reduce el nivel de tenacidad y resistencia a la flexión), o en los que un artículo sinterizado está totalmente recubierto para conferir dureza (en el que el recubrimiento fino tiene grietas o una vida útil limitada).

Colocar las aleaciones de fase dura en el interior, como la partícula de núcleo (en vez de en el exterior), distribuye las aleaciones de fase dura (expuestas en las superficies exteriores tras el esmerilado de acabado) a lo largo de toda la microestructura sinterizada en proporciones (o espesores) mucho mayores de lo que es posible en cualquier material convencional conocido. Esto en sí mismo aumenta la resistencia al desgaste, reduce la interacción química con la pieza de trabajo y reduce el coeficiente de fricción significativamente. La vida útil de la herramienta se potencia por la constante renovación de granos de superficie que se desgastan o se retiran por la superficie deslizante opuesta.

Además, las características de adhesión y resistencia al desgaste de la mayoría de los materiales de núcleo preferidos se conocen por su rendimiento en materiales convencionales, de modo que su rendimiento como materiales de partícula de núcleo es predecible. Dado que las partículas de núcleo están recubiertas con materiales conocidos (por ejemplo, WC), combinar y sinterizar juntas partículas recubiertas que tienen varios materiales de núcleo diferentes facilitará la potenciación de múltiples características. En consecuencia, se reduce el coste del desarrollo y las pruebas al tiempo que se proporciona un material final con propiedades únicas. Por tanto, diseñar una microestructura sinterizada en la que cada partícula tiene una cubierta tenaz (capa intermedia) que se adhiere muy fuertemente a sus partículas vecinas para formar un sistema de soporte celular tenaz a través de todo el

sustrato de artículo sinterizado, produce un artículo sinterizado con la mayor combinación posible de resistencia, alto módulo de elasticidad, tenacidad a la fractura y contenido en aleación dura.

5 La macroestructura del artículo resultante es un entramado de microestructura celular compuesto por cubiertas de partícula recubierta tenaz, fuerte y estrechamente entrelazada, conteniendo y soportando cada una o más partículas de núcleo unidas mecánicamente y químicamente, cristales, fibras o fibras cortas monocristalinas, expuestas en sección transversal en las superficies exteriores durante el pulido y el esmerilado de acabado. Este principio de optimización de la combinación de diferentes materiales para las partículas de núcleo y la capa intermedia circundante permite la combinación de características de rendimiento del artículo normalmente en conflicto (por ejemplo, resistencia y dureza) a niveles no vistos hasta ahora en la técnica de la pulvimetalurgia.

10 Este diseño proporciona al diseñador de materiales múltiples herramientas (usadas individualmente o en combinación) y un método directo que proporciona un control fácil y total para adaptar la estructura de partículas de TCHP (espesor de capa intermedia, tamaño y materiales de núcleo) y mezclar (integrando diferentes polvos en las zonas de herramienta y artículo) para cumplir muchas condiciones diferentes únicas, combinadas y de requisitos especiales con un único artículo o herramienta.

15 Además, usando un material resistente convencional (tal como WC) como cubierta de partícula exterior tenaz se reduce drásticamente el esfuerzo de investigación, desarrollo e industrialización dado que sólo tendrá que usarse un gas precursor de reacción de material (por ejemplo, carburo de tungsteno) para recubrir las partículas de polvo, en vez de muchas docenas de gases reactivos y precursores complicados usados en múltiples recubrimientos de sustratos exteriores. Tales materiales particulados se sinterizarán como si estuvieran compuestos por partículas de carburo de tungsteno, que ya se sabe que se unen muy fuertemente a partículas de carburo de tungsteno vecinas con un aglutinante tal como cobalto. Por tanto, el material tenaz convencional en uso durante más de sesenta años penetrará y reforzará la estructura completa. Aumentar el espesor del recubrimiento de carburo de tungsteno sobre la partícula para cumplir aplicaciones de resistencia que suponen un mayor reto o disminuirlo en aplicaciones de desgaste más crítico debe solucionarse la mayoría de los retos de diseño. Puede lograrse fácilmente el aumento del tamaño de partícula de núcleo para cumplir con requisitos más estrictos para la resistencia al desgaste o su disminución para aplicaciones de mayor resistencia. Usar diferentes materiales de partícula de núcleo con características (dureza, coeficiente de fricción) que se sabe o se encuentra que funcionan mejor en aplicaciones específicas (tales como para desgaste de flancos o desgaste de cráteres) también se logra mediante la selección del material de núcleo. También es posible combinar los parámetros anteriores de espesor, diámetro y polvo de material de núcleo para solucionar la mayoría de las aplicaciones con múltiples criterios.

20 También es posible la transición de TCHP gradual desde zonas o capas ricas en fases más duras hasta aquellas con materiales de capa intermedia más tenaces usando secciones de cera/polvo extruidas precalentadas. Esto es un enfoque más flexible y eficaz que el usado en el material con función gradiente (FGM) que está usándose actualmente.

35 La presente invención también puede usarse para integrar diferentes capas (o combinaciones) de polvo en diferentes partes de la misma pieza para resistir mejor a múltiples retos de rendimiento. Este es el grado final de refinamiento del diseño de microestructura que es posible, salvo un gradiente a nivel atómico. Cosinterizado con otros polvos de metal para proporcionar un endurecimiento localizado en pieza sinterizadas "no duras", el TCHP permitirá sustituir piezas de acero que requieren un tratamiento térmico por piezas de metal en polvo (P/M), que requieren menos operaciones de fabricación.

40 Volviendo ahora en detalle a los dibujos adjuntos, la figura 1 representa un material sinterizado en sección transversal esquemática. En esta realización hay una o más partículas (10) de compuesto metálico duro con una capa (14) intermedia de compuesto metálico tenaz, duro tal como carburo de tungsteno. La partícula recubierta incluye una capa exterior de un aglutinante (16) de sinterización adecuado, preferiblemente de los metales del grupo del hierro, normalmente cobalto o níquel. El polvo (18) recubierto resultante se sinteriza finalmente para dar un artículo semiacabado o acabado, del cual una microsección se designa de manera general con el número 20.

45 La microestructura del artículo (20) sinterizado es un entramado celular de capa (14) de WC unitaria fuertemente entrelazada, conteniendo y soportando cada una su propio núcleo (10) de compuesto metálico estrechamente unido, sujeto dentro de la matriz (16) y expuesto en sección transversal en las superficies (22) exteriores durante el pulido y el esmerilado de acabado.

50 La fotografía de microscopio electrónico de barrido mostrada en la figura 2 es de una partícula de TCHP unitaria que consiste en una partícula (6) de núcleo de 1,6 micrómetros de nitruro de titanio recubierta (7) con un espesor de aproximadamente 0,25 micrómetros (15 por ciento) de  $W_2C$ . Es uno de los muchos granos de TCHP colocados en una muestra metalúrgica de resina, mostrada en el fondo (9) y lapeada. Se conoce bien que las partículas de aleación duras con frecuencia no se sinterizan lo bastante próximas a la densidad teórica, debido (a) a la irregularidad de tales granos (provocando mala fluidez, que necesita prensado en caliente) y (b) a una baja deformación plástica durante la consolidación.

La forma en ocho de la partícula (6) de núcleo mostró irregularidades cóncavas típicas en las muestras. El

procedimiento de recubrimiento de CVD llenó normalmente las concavidades como en (8), dando a las partículas recubiertas una forma más redonda, más suave que de hecho ayudó a la fluidez y la densificación de los polvos. Esto debe reducir el coste del procesamiento, dar como resultado una capa de aglutinante más uniforme y fina, y ayudar a la densificación de los polvos, lo que a su vez potenciará las propiedades mecánicas del artículo sinterizado.

Los polvos únicos de la presente invención se prepararon en un reactor de deposición química en fase de vapor (CVD). Debido al tamaño de las partículas que estaban recubriéndose, el reactor incluía componentes para prevenir la aglomeración de las partículas que estaban recubriéndose. En las figuras 3-5 se representa una representación esquemática del reactor.

El sistema de reactor de CVD de la figura 3 consiste en un recipiente (20) de reactor de CVD giratorio, contenido dentro de un horno (22) para calentar el polvo y los gases reactivos, gases que se suministran al reactor y se evacúan mediante conductos (36, 26) de admisión y escape de gases, respectivamente, en sus extremos opuestos. La tubería (30) suministra el precursor de hexafluoruro de tungsteno ( $WF_6$ ), mientras que las tuberías (28) suministran el hidrógeno al 99,999 por ciento de pureza, siendo éstos los dos gases que reaccionan en el recipiente (20) de reactor para formar el recubrimiento de CVD, conectado a la junta giratoria y conducto (36) de admisión a través de medidores (32) de flujo. La tubería (28) también pasa a través de un burbujeador (34) de gas, que contiene isopropilbenceno al 99,9 por ciento de pureza. Un filtro (38) está interpuesto en el lado de escape del reactor (20), delante del conducto (26) de evacuación, conducto que está operativamente conectado a un sistema de vacío (no mostrado) y un dispositivo (40) de trampa y caudalímetro (42). El reactor (20) puede adoptar la forma de un cilindro de grafito o metal refractario, que puede girar a una velocidad variable, en el intervalo de 50 a 150 rpm dependiendo del diámetro del tambor y la densidad relativa del polvo que está recubriéndose, y de la variación de su orientación; por tanto, el ángulo (24) de inclinación y la velocidad de revolución pueden ajustarse para proporcionar el tiempo de residencia apropiado para el polvo recubierto dentro del entorno gaseoso reactivo a alta temperatura (500-1600°C) producido.

Hay cuatro retos significativos en la práctica del método de CVD en la producción de material particulado de TCHP submicrométrico: (1) el coste actual del gas precursor de hexafluoruro de tungsteno ( $WF_6$ ), (2) controlar las características nocivas de  $WF_6$ , (3) la reacción prematura de los precursores sobre superficies distintas del polvo del núcleo, y (4) descomponer los aglomerados. Los tres últimos tienen soluciones técnicas. Aunque otras ventajas de coste del procesamiento pueden compensar el primer reto, el éxito final de CVD vendrá determinado por su coste con respecto a otros métodos, tales como la deposición usando carbonilo de metal.

Se encontró que la solución al tercer reto (uso ineficaz de reactivos) anterior era mantener el gas por debajo de la temperatura umbral de reacción hasta que esté próximo a las partículas de núcleo. Esto puede mejorarse adicionalmente manteniendo los gases reactivos separados, mezclándolos mediante y con los propios polvos calentados turbulentos.

Se encontró que la energía de microondas (pero no frecuencias de inducción) calentarían las partículas. A una frecuencia de 2,45 Ghz calentando durante aproximadamente 2 minutos a 500 vatios se produjo un aumento de temperatura de aproximadamente 37-40°C. El concepto de altas tasas de calentamiento en un flujo turbulento, centrado, de reactivos calentados por el propio polvo (calentado por energía de microondas) en un tubo de cuarzo de recirculación tiene un alto atractivo para lograr desaglomeración, mezclado, recirculación y recubrimiento homogéneos de polvos submicrométricos.

La figura 4 ilustra una solución que se encontró que solucionaba el problema de aglomeración del polvo. La fluidización en un reactor giratorio normalmente no aplica las fuerzas requeridas para descomponer los grumos, que vuelven a formarse continuamente. De hecho, si no se comprueban, los aglomerados tienden a clasificarse por sí mismos según el tamaño, impidiendo adicionalmente un procesamiento homogéneo. Adicionalmente, un reactor horizontal convencional tiene zonas de extremo que reducen la homogeneidad del espesor del recubrimiento en el lote. Tal como se representa en la figura 4, una solución al problema de aglomeración y zonas de extremo que producían recubrimiento no uniforme implicó inclinar el reactor e instalar una guía 80 fija en forma de peine para (a) recircular y homogeneizar el lote, y (b) para aplicar suficiente cizalladura al polvo como para desaglomerarlo.

Dentro del horno, la cámara (62) de reacción está construida de grafito, revestida (60) con un cilindro de cuarzo. La velocidad (66) de rotación debe ser tal que la fuerza de gravedad que actúa sobre el polvo de núcleo es justo superior a la fuerza centrífuga, de modo que los granos de polvo que caen, fluidizados de ese modo para maximizar la exposición a los gases reactivos, se acumulan en el recubrimiento intermedio sobre los mismos. El objetivo es hacer fluir, rodar, caer en cascada y voltear el polvo de núcleo mediante la combinación correcta de fuerza centrífuga, gravedad e inercia de rotación a partir de la rotación del cilindro para maximizar la exposición del polvo a los gases precursores. Esto implica un diámetro (64) práctico de más de 120 mm. Para ayudar a descomponer los grumos aglomerados que evitan la deposición de capas homogéneas sobre cada partícula, pueden introducirse gases reactivos a una alta velocidad de flujo a través del polvo que cae para descomponer los aglomerados con una fuerza de cizalladura.

La cizalladura se aplica de manera doble al polvo en dos zonas de la guía (80), mostrada en sección (67) transversal

5 en el extremo inferior del tambor. La primera zona (68) aplica una ligera presión y cizalladura a parte del polvo a medida que se transporta por debajo de la guía mediante el tambor (60, 62) giratorio. Se forma un ángulo (69) de apretamiento progresivo de 13 grados entre el tambor y el soporte (67), ángulo que aplica suficiente cizalladura de compresión para descomponer los aglomerados. La segunda zona (70), consiste en dientes (72) largos, angulares que forman el propio soporte, cortados rectos, con poca curvatura en los bordes, en el acero inoxidable. Esta zona (70) permite que el polvo de compresión escape bajo una ligera fuerza de cizalladura que sirve para desaglomerar adicionalmente y homogeneizar las partículas para la exposición durante la siguiente rotación. A una distancia (74) de 5 mm desde el revestimiento (60) de cuarzo, el ángulo progresivo de los dientes del soporte termina con una punta de inflexión que aumenta el apretamiento justo cuando las aberturas de los dientes (72) alcanzan su máximo. 10 Un pequeño espacio (76) de 0,5-1,0 mm protege al cuarzo frente a marcarse por el soporte.

La zona (80) helicoidal del soporte proporciona una guía (78), mostrada en el extremo inferior del reactor, (y mostrada en su extremo superior en líneas discontinuas). Esta guía helicoidal proporciona un levantamiento al polvo para garantizar la recirculación lateral y la homogeneidad del lote.

15 La figura 5 representa el soporte helicoidal de modo que se muestra más claramente la guía (80) helicoidal. Se cortan orificios (92) en la plataforma superior para permitir que el polvo recogido ahí caiga a través de los mismos para la recirculación. También se muestran más claramente los dientes del soporte (90).

20 La figura 6 representa una compilación de los dominios de funcionamiento de varios materiales de herramienta convencionales y el dominio de funcionamiento esperado de una realización de la presente invención usada como material de herramienta de corte. Usando materiales duros convencionales como núcleo, reduciendo el tamaño de partícula hasta el intervalo deseado y aplicando un recubrimiento tenaz (tal como WC) en un espesor apropiado al núcleo, los TCHP de la presente invención amplían los dominios de funcionamiento de tales materiales convencionales. El grado del aumento en el avance de la herramienta, es decir, el límite del lado derecho del área que define el dominio de funcionamiento de los TCHP de la presente invención se basa en la tenacidad aumentada proporcionada por el recubrimiento tenaz y el uso de la dureza y otras propiedades del material de núcleo.

25 Usando un sistema de reactor tal como el representado en la figura 3, podrían prepararse materiales particulados compuestos sinterizables como realización de la presente invención usando cada una de las siguientes aleaciones en forma de un polvo de 1,0-1,5 micrómetros de diámetro: nitruro de titanio, carburo de titanio, nitruro de circonio, carburo de vanadio, óxido de aluminio y nitruro de boro cúbico. (También pueden usarse otras aleaciones tales como diboruro de titanio, carburo de circonio, nitruro de tantalio y carburo de niobio). Los componentes reactivos del vapor químico, empleados para la deposición de  $WC_x$ , son hexafluoruro de tungsteno ( $WF_6$ ) en presencia de hidrógeno y un compuesto carbonoso alifático o aromático, componentes que reaccionan a temperaturas en el intervalo de 500°C a 700°C para formar recubrimientos de  $WC_x$  con características altamente reproducibles. Se empleará una baja presión en el reactor (por ejemplo, inferior a 100 milibares) para aumentar la difusividad de las especies reactivas en el gas y para permitir un recubrimiento homogéneo sobre la superficie del polvo. Esta técnica se denomina comúnmente LPCVD (deposición química en fase de vapor a baja presión). El reactor se hace funcionar a una velocidad suficiente para voltear el polvo de núcleo en una avalancha de caída libre perpetua, y la velocidad del gas reactivo se ajusta como función de otros parámetros (presión y velocidad de flujo total); se usa un burbujeador de gas en los casos en los que se emplea un compuesto líquido aromático como componente reactivo. 30 35

40 Los espesores de recubrimiento diana, basados en una resistencia deseada al 90-95 por ciento de un carburo sinterizado de todo  $WC_x$ , y basados en minimizar el tiempo de residencia de CVD, está en el intervalo del 2 al 25 por ciento del diámetro medio de partícula. Los parámetros de funcionamiento de CVD se ajustan usando un programa informático, permitiendo así su optimización siguiendo el "indicador" principal, por ejemplo, el espesor de recubrimiento de  $WC_x$  en diferentes puntos del reactor. La cantidad de  $WC_x$  depositado sobre el polvo se estima mediante un microanálisis de EDX del polvo tratado comparando los picos de intensidad de tungsteno y titanio, y la razón  $W_M:Ti_K$  (en la que M y K son los coeficientes de razón atómica), determinada en muestras de partículas tomadas en diferentes puntos en el horno y en diferentes momentos. Esto proporciona indicaciones de las características de homogeneidad, tasa de deposición, y superficie de  $WC_x$  y superficie de contacto  $WC_x$ /partícula de núcleo, antes de la sinterización. El espesor en sección transversal del recubrimiento de  $WC_x$  se observa con un microscopio óptico y un microscopio electrónico de barrido, usando una muestra compuesta por los granos de TCHP 45 50 incrustados en una resina y pulidos para exponer una sección de los granos; también se usa un análisis de rayos X para mostrar la presencia de la fase de  $WC_x$  en el polvo.

### Ejemplos

55 Se prepararon tres series de muestras sinterizadas: una serie preparada con el material particulado de nitruro de titanio recubierto con  $WC_x$  (formulaciones C, D, E y F), una serie de barras de referencia preparadas con un polvo de carburo de tungsteno sin ningún recubrimiento (formulación A), una serie comparativa preparada con una mezcla de polvo de carburo de tungsteno sin recubrimiento y una adición de TiN (formulación B), y un material de Sandvik convencional, (véase la columna G en la figura 7) recubierto con TiN, TiC y  $Al_2O_3$  (formulación G).

El polvo de carburo de tungsteno (WC) empleado en la producción de las formulaciones está comercialmente disponible de H. C. Starck Company, como calidad DS100 y tiene un tamaño medio de partícula típico de

aproximadamente  $1,0 \mu\text{m}$  ( $\pm 0,1 \mu\text{m}$ ). El polvo de cobalto usado fue Starck de calidad II, que tenía un tamaño de partícula típico de  $1,5 \mu\text{m}$  ( $\pm 0,2 \mu\text{m}$ ); el polvo de nitruro de titanio empleado es Starck de calidad C, que tiene un tamaño de partícula típico de  $1,0 \mu\text{m}$  (que oscila entre  $0,8$  y  $1,2 \mu\text{m}$ ); y el polvo de níquel utilizado está comercialmente disponible y tiene un tamaño de partícula típico de  $2,2 \mu\text{m}$ .

5 Las formulaciones C, D, E y F estaban compuestas por granos de núcleo de TiN recubiertos mediante CVD con carburo de tungsteno ( $\text{W}_2\text{C}$ ) hasta un espesor de aproximadamente  $0,16 \mu\text{m}$  formando un material particulado compuesto (TCHP) que tenía un tamaño de partícula de aproximadamente  $1,0 \mu\text{m}$ . Se empleó el aparato descrito anteriormente en el presente documento con referencia a las figuras 3 a 5 para realizar el recubrimiento mediante CVD del polvo de TiN. Se hace funcionar con un ángulo de hélice de  $20^\circ$  y con el peine fijado a un ángulo de  
10 apretamiento de  $13^\circ$ . Se introdujo una cantidad adecuada de polvo de TiN en la cámara del reactor de grafito. Se purgó el sistema, se inició un flujo de hidrógeno y se ajustó la presión interna hasta  $11,25$  Torr. Entonces se suministró energía al horno eléctrico para llevar el tambor del reactor, que giraba a  $90$  revoluciones por minuto, hasta una temperatura de aproximadamente  $550^\circ\text{C}$  (aproximadamente una hora). Entonces se abrieron los medidores de flujo para el suministro de  $\text{WF}_6$  y el burbujeador de cumeno para proporcionar una razón molar de los reactivos  
15 adecuada para el depósito de  $\text{W}_2\text{C}$  sobre el polvo de sustrato de TiN; el burbujeador funcionó a  $20^\circ\text{C}$ , y se usó gas hidrógeno como portador para el cumeno líquido. Se continuó el funcionamiento durante un periodo de tiempo suficiente para producir el espesor deseado de  $\text{W}_2\text{C}$  sobre las partículas de TiN, tras lo cual se cerraron el medidor de flujo de  $\text{WF}_6$  y el burbujeador de cumeno y se enfrió el horno con hidrógeno.

La formulación A es una mezcla binaria que consiste en el  $94$  por ciento en peso de WC y el  $6$  por ciento en peso de Co; la formulación B es una mezcla ternaria que consiste en el  $87$  por ciento en peso de WC, el  $6$  por ciento en peso de Co y el  $7$  por ciento en peso de TiN; la formulación C consiste en el  $84$  por ciento en peso del material compuesto TCHP descrito y el  $16$  por ciento en peso de Ni; la formulación D consiste en el  $84$  por ciento en peso del material compuesto TCHP y el  $16$  por ciento en peso de Co; y la formulación E consiste en el  $90$  por ciento en peso del material compuesto TCHP y el  $10$  por ciento en peso de Co.

25 Se formó la formulación B en una barra sinterizada, que medía  $53 \times 16 \times 11$  mm y pesaba aproximadamente  $130$  gramos, mezclando la formulación con Acrawax C (un adyuvante de procesamiento de etilen-biestearamida disponible de Lonza Inc., de Fair Lawn, Nueva Jersey) y hexano. Se sometió a molienda con bolas durante  $16$  horas con bolas de WC, se secó a vacío, se tamizó a  $300 \mu\text{m}$ , se prensó isostáticamente en frío a  $2000$  bares durante cinco minutos y se sinterizó, con una permanencia de  $20$  minutos a  $1450^\circ\text{C}$ , a un vacío de  $1$  a  $3$  Torr. Las tasas de calentamiento y enfriamiento aplicadas fueron de  $150$  a  $200^\circ\text{C}$  por hora y la operación de sinterización total requirió  
30 aproximadamente dos horas.

Se prepararon discos de muestra a partir de las formulaciones A, C, D, E y F. Para hacerlo se mezcló la formulación con un aglutinante temporal de alcanfor y un disolvente alcohólico, se sometió a molienda planetaria durante cinco minutos con bolas de molienda de carburo de tungsteno, se secó a  $80^\circ\text{C}$  durante  $15$  minutos y se tamizó a  $300 \mu\text{m}$ .  
35 Para las muestras A, C y D, los discos formados tienen  $10$  mm de diámetro y se sinterizan en las condiciones de vacío descritas anteriormente para las muestras A y B. Para producir las muestras E y F se somete la formulación molida, secada y tamizada a un prensado uniaxial a  $1400^\circ\text{C}$  a una presión de  $200 \text{ kg/cm}^2$  para formar discos que miden  $50$  mm de diámetro.

Se sometieron a prueba varias muestras de cada uno de los artículos sinterizados descritos anteriormente en el presente documento para evaluar cada una de varias propiedades. La formulación, condición de sinterización (prensado en caliente o a vacío), forma del artículo (barra o disco), contenido en aglutinante tras la sinterización y los valores para las diversas propiedades medidas se exponen en la figura 7. La medición del desgaste de flancos y el  
40 desgaste de cráteres se realizó en un material convencional (CK 45) a una velocidad superficial tangencial de  $200$  m/min, a una profundidad de corte de  $2$  mm y un avance de  $0,2$  mm/rev. Los valores de dureza, resistencia a la flexión y módulo de elasticidad para la muestra n.º 1 son de la bibliografía. En los ejemplos anteriores, se encuentra que las muestras sinterizadas C, D, E y F funcionan de una manera que establece que el polvo metálico constituyente está especialmente bien adaptado para la fabricación de herramientas y otros artículos.

Se apreciará que la capacidad para variar no sólo la composición de los metales empleados en la producción de los materiales particulados sinterizables de la invención (incluyendo cualquier agente aglutinante o adyuvante de sinterización complementario), sino también los espesores relativos de la partícula de núcleo y la parte intermedia  
50 circundante permite ejercer un alto grado de control sobre las propiedades que muestran los materiales particulados y los artículos fabricados a partir de los mismos. Por ejemplo, variando el espesor de la cubierta (por ejemplo, hasta un valor que normalmente, pero no necesariamente, representa el  $5$ ,  $10$  ó  $15$  por ciento del diámetro de la partícula de TCHP), puede lograrse un equilibrio óptimo de dureza, tenacidad, resistencia, desgastabilidad y capacidad de  
55 transferencia térmica y conferirlo al producto sinterizado.

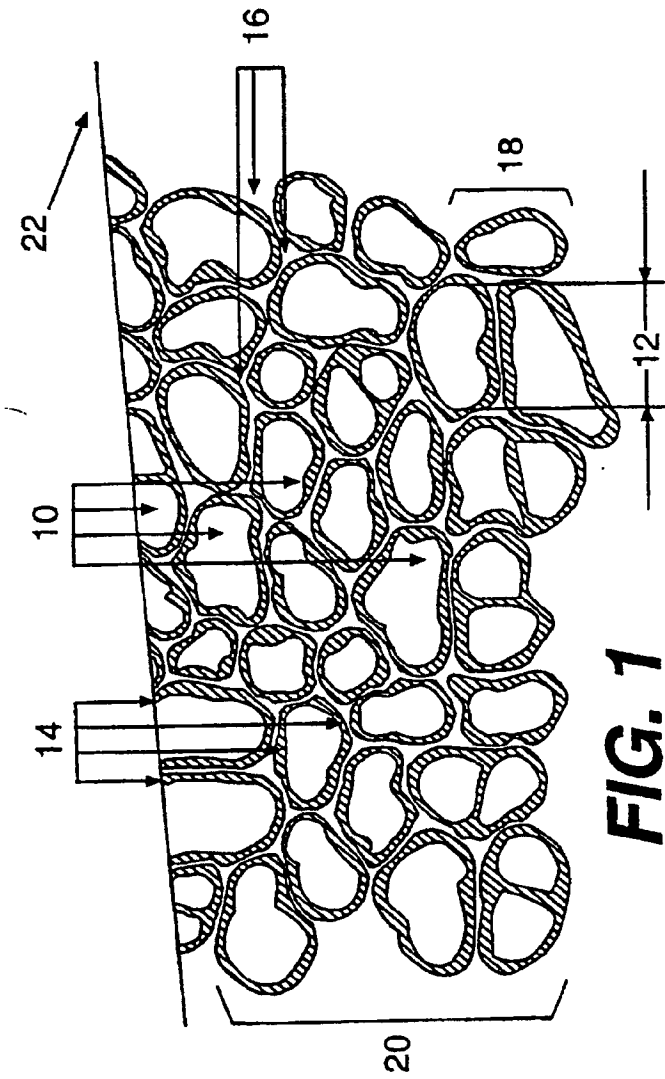
La presente invención proporciona una nueva clase de materiales en polvo, es decir polvos duros con recubrimiento tenaz (TCHP) que producen artículos sinterizados que superan el nivel de rendimiento comprometido actual de los materiales convencionales combinando la resistencia mecánica transversal inherente de los carburos de metal con la resistencia al desgaste superior de compuestos duros a nivel de las partículas de núcleo. Las herramientas o  
60 artículos fabricados a partir de tales materiales funcionan bien en intervalos mucho más amplios de condiciones de

lo que permiten los métodos especializados actuales, y su rendimiento/precio, o razón de valor, debe aumentar significativamente.

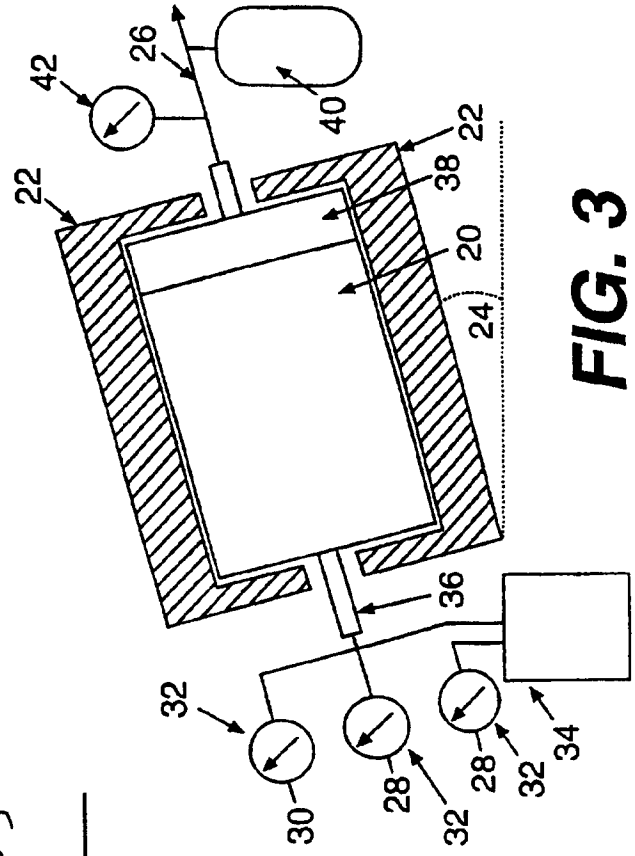
La presente invención se ha dado a conocer en cuanto a ejemplos. La invención no se limita a los mismos sino que se define por las reivindicaciones adjuntas.

REIVINDICACIONES

1. Material sinterizado que comprende  
una pluralidad de partículas de núcleo, que consisten en nitruro de boro cúbico;  
una capa intermedia sobre cada una de las partículas de núcleo, consistiendo la capa intermedia en WC o  $W_2C$ , formando de ese modo partículas recubiertas, y en la que la capa intermedia tiene un espesor, tras la sinterización, en el intervalo de desde el 5% hasta el 25% del diámetro de las partículas de núcleo; y  
un aglutinante que se superpone a la capa intermedia sobre las partículas recubiertas y que constituye una capa que incluye hierro, cobalto, níquel, sus mezclas, sus aleaciones o sus compuestos intermetálicos, y en el que la capa de aglutinante tiene un espesor tras la sinterización en el intervalo de desde el 3% hasta el 12% del diámetro de las partículas recubiertas.
2. Material según se reivindica en la reivindicación 1, en el que las partículas recubiertas tienen un tamaño medio de partícula inferior a  $2\ \mu m$ , preferiblemente inferior a  $1\ \mu m$ .
3. Material según se reivindica en las reivindicaciones 1 ó 2, en el que partes de la capa intermedia y el aglutinante se retiran para exponer las partículas de núcleo.
4. Material según se reivindica en una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que tiene una tenacidad a la fractura mayor que la del nitruro de boro cúbico.
5. Polvo que consiste en una pluralidad de partículas recubiertas, comprendiendo la mayoría de las partículas recubiertas:  
partículas de núcleo, que consisten en nitruro de boro cúbico, y  
una capa intermedia sobre cada una de las partículas de núcleo, consistiendo la capa intermedia en WC o  $W_2C$ , y en la que la capa intermedia tiene un espesor, tras la sinterización, en el intervalo de desde el 3% hasta el 200% y preferiblemente de desde el 5% hasta el 25% del diámetro de dichas partículas de núcleo.
6. Polvo según se reivindica en la reivindicación 5, en el que las partículas recubiertas tienen un tamaño medio de partícula inferior a  $2\ \mu m$ , preferiblemente inferior a  $1\ \mu m$ .
7. Polvo según se reivindica en las reivindicaciones 5 a 6, que incluye una capa de aglutinante exterior que consiste en un metal seleccionado del grupo que consiste en: hierro, cobalto, níquel, sus mezclas, sus aleaciones o sus compuestos intermetálicos, depositándose la capa de aglutinante sobre la superficie exterior de la capa intermedia en forma de una capa continua.
8. Polvo según se reivindica en la reivindicación 7, en el que la capa continua de un aglutinante se deposita mediante deposición química en fase de vapor, pulverización catódica, deposición de carbonilo, recubrimiento no electrolítico por pulverización de disolución, galvanoplastia o deposición física en fase de vapor.
9. Polvo según se reivindica en la reivindicación 8, en el que la capa intermedia que consiste en WC tiene un espesor en el intervalo de desde el 5% hasta el 25% del diámetro de dichas partículas de núcleo y la capa exterior comprende cobalto o níquel.
10. Polvo según se reivindica en la reivindicación 9, en el que la combinación de la partícula de núcleo, la capa intermedia y la capa de aglutinante exterior tiene un tamaño medio de partícula inferior a  $1\ \mu m$ .

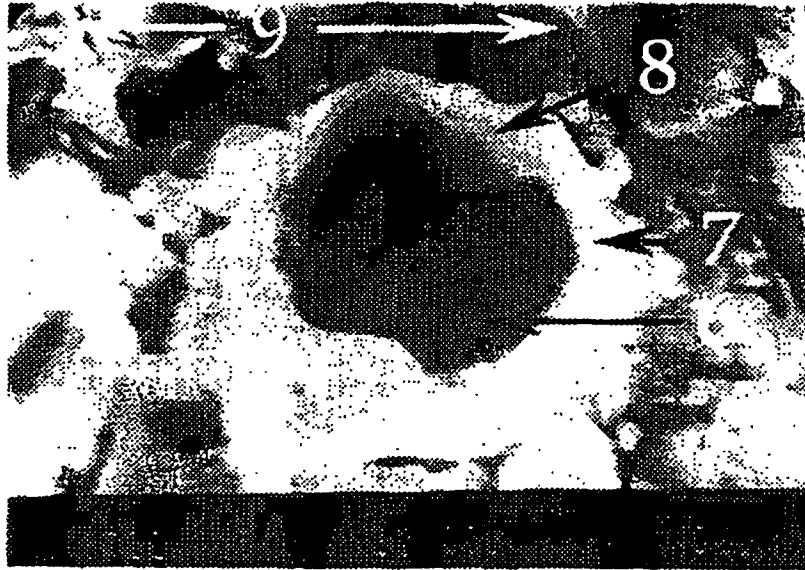


**FIG. 1**

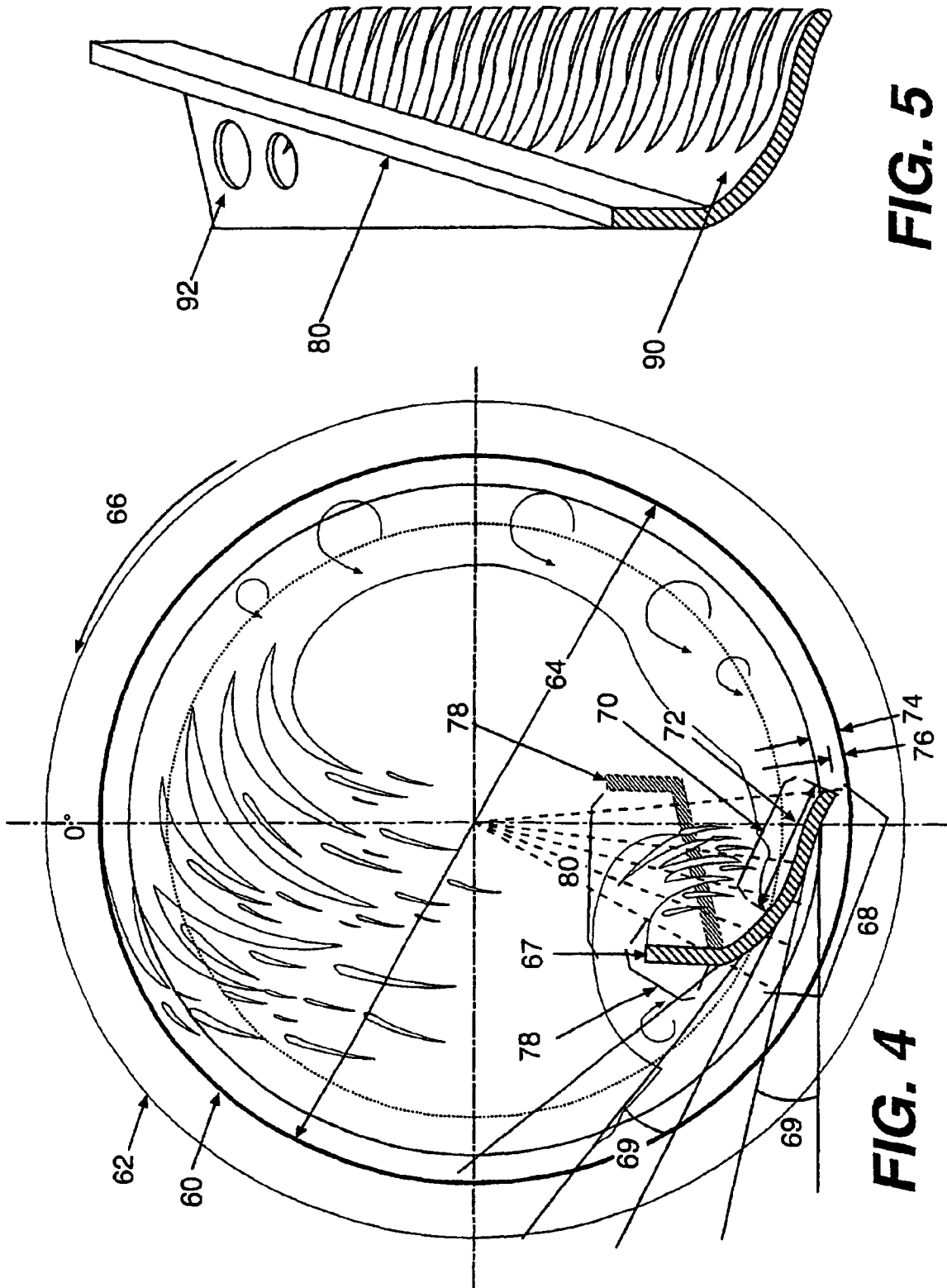


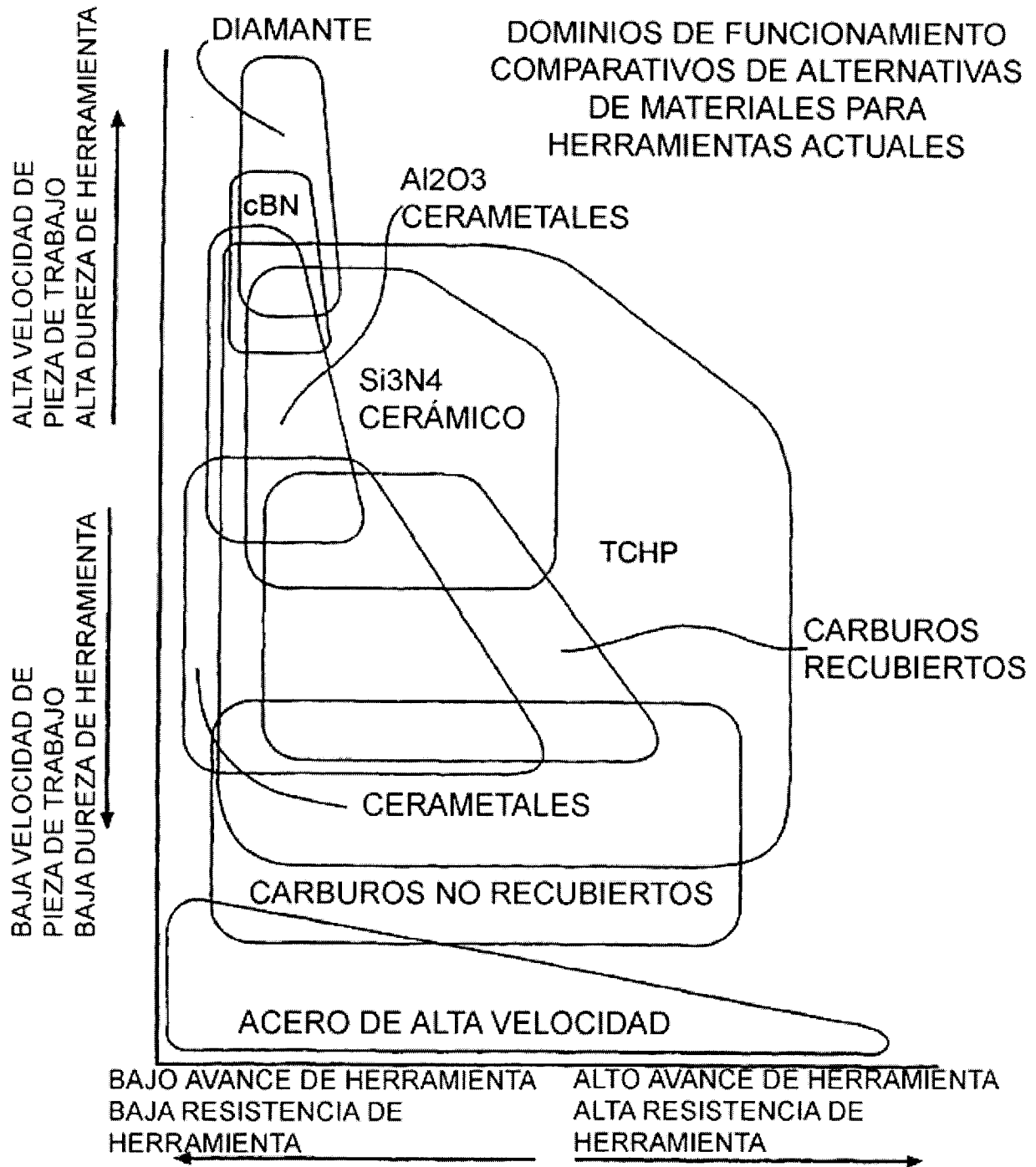
**FIG. 3**





*FIG. 2*





**FIG. 6**

MUESTRAS*	A	B	C	D	E	F	G
CARACTERÍSTICAS Y DESCRIPCIÓN	DISCOS EC. 800 REFERENCIA Ø10 mm SINTERIZADO A VACÍO A 1450°C	BARRA WC/TM300 REFERENCIA SINTERIZADA A VACÍO A 1450°C	DISCOS 16NTE29 CON POLVO DE TIN RECUBIERTOS Ø10 mm SINTERIZADO A VACÍO A 1450°C	DISCOS 16NT 229 CON POLVO DE TIN RECUBIERTOS Ø10 mm SINTERIZADO A VACÍO A 1450°C	DISCOS 10COTE35 CON POLVO DE TIN RECUBIERTOS Ø50 mm SINTERIZADO CON PREN. EN CALIENTE A 1400°C. 200 kg/cm <sup>2</sup>	DISCOS 16COTE35 CON POLVO DE TIN RECUBIERTOS Ø50 mm SINTERIZADO CON PREN. EN CALIENTE A 1400°C. 200 kg/cm <sup>2</sup>	HERR SANDVIK RECUBRIMIENTO WTC, TIN, A203 MALL, GC415 (P15) TIPO SNUN 120408
DENSIDAD EN g/cm <sup>3</sup> (% DE DENSIDAD TEÓRICA)	14.5 (=97%) MEDIDO EN MUESTRA PRODUCIDA EN M3D	2.6 (=95%) MEDIDO EN MUESTRA PRODUCIDA EN M3D	5.16 (=96%)	4.82 (=97%)	5.16 (=100%)	6.33 (=100%)	4.69 (=100%)
DUREZA (HV)	93 HRA = 1760 HV DE ASIM HANDBOOK Y DATOS COMERCIALES DE SANDVIK (2407 HV MEDIDO EN M3D ES PROBABLEMENTE DEMASIADO OPTIMISTA)	1386 HV MEDIDO EN MUESTRA PRODUCIDA EN M3D	1190	645	1400 (NÚCLEO DE MUESTRA)	1400 (NÚCLEO DE MUESTRA)	1750
COEF. DE FRICCIÓN (MAQUINA DE FRIC. BOLA EN DISCO. BOLA DE ACERO DE ALEA. BAJA SIN LUBRICANTE)	0.068 (MEDIDO EN MUESTRA PRODUCIDA EN M3D)	0.12 (MEDIDO EN MUESTRA PRODUCIDA EN M3D)	0.037	0.068	0.035	0.034	0.11
RESISTENCIA A LA FLEXIÓN (MPa)	1790 MPa (DE ASIM HANDBOOK)	NO MEDIDO	NO MEDIDO	NO MEDIDO	400.4 (D.E. = 54.16)	436.4 (D.E. = 51.90)	1700
MÓDULOS ELÁSTICOS (GPa)	641 GPa (DE ASIM HANDBOOK)	NO MEDIDO	NO MEDIDO	NO MEDIDO	245.6 (D.E. = 2.182)	298 (D.E. = 12.23)	640
DESG. FLANCOS, mm (PROM.)	0.19	NO MEDIDO	NO MEDIDO	NO MEDIDO	0.315	0.21	0.15
DESG. CRATER, mm	0.0125	NO MEDIDO	NO MEDIDO	NO MEDIDO	0.0072	0.0064	0.01
PORCENTAJE DE MAT. FASE DURA	94% en peso de WC	87% en peso de WC	10.4% en peso de W2C, 84% en peso de TIN+W2C	10.4% en peso de W2C, 84% en peso de TIN+W2C	12% en peso de W2C, 90% en peso de TIN+W2C	11.2% en peso de W2C, 90% en peso de TIN+W2C	94% en peso de WC
CONT. AGLUT. (% en peso)	6	6	16	16	10	16	6
ESPESOR ESTIMADO DE RECUBRIMIENTO TCHP (BASADO EN CÁLCULO Y OBSERVACIONES)	SIN RECUBRIMIENTO	SIN RECUBRIMIENTO	4.15µm	4.15µm	4.15µm	4.15µm	5µm (EN HERRAMIENTA)

FIG. 7