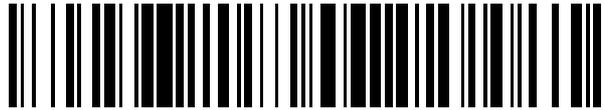


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 535 805**

51 Int. Cl.:

C23C 30/00 (2006.01)

C23F 3/04 (2006.01)

B24B 1/00 (2006.01)

F16J 15/34 (2006.01)

F16C 33/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **04.10.2000 E 00970396 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **18.03.2015 EP 1218565**

54 Título: **Pieza sometida a desgaste de carburo cementado y método de lapeado**

30 Prioridad:

06.10.1999 SE 9903600

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

18.05.2015

73 Titular/es:

**SANDVIK INTELLECTUAL PROPERTY AB
(100.0%)
811 81 Sandviken, SE**

72 Inventor/es:

**EDERYD, STEFAN;
ENGQVIST, HAKAN y
AXEN, NIKLAS**

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 535 805 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

Pieza sometida a desgaste de carburo cementado y método de lapeado

5 La presente invención se refiere piezas de carburo cementado sometidas a desgaste, particularmente útiles en aplicaciones de piezas sometidas a un desgaste exigente, usadas durante deslizamientos a alta presión y alta velocidad de deslizamiento, que incluyen anillos de estanqueidad con propiedades de desgaste y de fricción mejoradas.

10 Los carburos cementados, en particular los materiales de WC-Co, WC-TiC-Co, WC-TaC-Co, WC-TiC-TaC-Co, encuentran muchas aplicaciones en el campo de las piezas sometidas a desgaste. Esto está vinculado a sus sobresalientes propiedades mecánicas, por ejemplo una combinación única de dureza y de tenacidad que dan como resultado una alta resistencia al desgaste, una baja fricción y una alta conductividad térmica.

Los carburos cementados con un tamaño de grano muy fino, con frecuencia denominados de estructura nanocristalina, es decir con tamaños de granos de carburo del orden de nanómetros, muestran mejores propiedades mecánicas que los materiales convencionales de grano grueso. Aunque se han fabricado carburos cementados microcristalinos, los problemas en su producción los hacen caros. Véase el documento 5773735.

15 Hay, sin embargo, varios ejemplos de aplicaciones donde los materiales nanocristalinos son candidatos muy interesantes, tales como accesorios de inserción para cortar metales, dientes para cortar madera, etc.

20 Un ejemplo industrialmente importante es el de los carburos cementados usados en anillos de estanqueidad para bombas que trabajan bajo condiciones rigurosas, tales como bombas de drenaje y bombas para aguas marinas. El elemento que aloja el anillo de estanqueidad, Figura 1, con frecuencia puede permanecer sobre la estantería durante un prolongado periodo de tiempo antes de su uso, dando como resultado un proceso de unión originado por el aire circundante, con serios daños en el cierre estanco/bomba durante el momento de arranque como resultado. También en el periodo de rodaje del elemento que aloja el anillo de estanqueidad o del elemento que aloja el cojinete se podrían dar problemas en aplicaciones con altas demandas de propiedades de fricción y de desgaste. Una prematura fractura del carburo cementado en la superficie del cierre estanco puede destruir totalmente la superficie del cierre estanco. En algunas aplicaciones, es por lo tanto, necesario usar una combinación de dos tipos de materiales en los anillos de estanqueidad, por ejemplo SiC sinterizado duro contra carburo cementado. Tales combinaciones de materiales plantearon altas demandas de propiedades de dureza superficial y de fricción del carburo cementado más blando.

30 Una alternativa interesante a la fabricación de piezas completamente nanocristalinas sería la creación de capas superficiales nanocristalinas sobre piezas con una masa de carburos cementados de grano grueso convencional.

En ambientes ácidos, la resistencia a la corrosión del Co es baja. Sustituyendo el Co por otro material resistente a la corrosión, por ejemplo, Cr, Ni, o Mo, o sus combinaciones, se incrementa la resistencia a la corrosión del material. Una alternativa a la fabricación de piezas con todo el material basado en un metal resistente a la corrosión, sería la creación de una capa superficial consistente en WC y un metal resistente a la corrosión mezclado con Co.

35 La Figura 1 muestra un elemento que aloja un anillo de estanqueidad.

La Figura 2 es una micrografía de 4000 aumentos, realizada con un SEM, de una capa superficial según la invención.

La Figura 3 muestra un diagrama de difracción XRD de una superficie de cierre estanco según la invención.

40 La presente invención se refiere a una pieza sometida a desgaste según la reivindicación 1, y a un método para hacer una pieza sometida a desgaste según la reivindicación 7.

45 Según esta descripción, se han obtenido anillos de estanqueidad con propiedades mejoradas mediante el tratamiento de las superficies de los cierres estancos con un proceso de lapeado. Sorprendentemente, se halló que durante el tratamiento superficial, la porción de la superficie exterior de la superficie del anillo de estanqueidad se transforma en una capa dura y resistente al desgaste, con estructura de grano muy fino, y con excelentes propiedades de fricción.

50 Según esta descripción, se proporciona un anillo de estanqueidad con una capa superficial, sobre la superficie del cierre estanco, con un espesor de 0,5 μm a 25 μm , preferiblemente de 1 a 10 μm . El anillo de estanqueidad consiste en WC y 4 a 15%, preferiblemente 5 a 12% en peso de Co, Ni y/o Fe. En la fase aglomerante hay presentes unos pequeños porcentajes de Cr y/o Mo, al menos en la capa superficial. El tamaño de grano del WC es de 2 a 6 μm . En el carburo cementado puede haber presente hasta un 5% de carburos cúbicos, tales como TiC, TaC, NbC. Como alternativa, el anillo de estanqueidad está hecho de carburos cementados sin aglomerante que contiene <1% en peso de Co y/o Ni y/o Fe.

En una realización, la parte más exterior de la capa consiste esencialmente en WC de grano muy fino, con un tamaño de grano inferior a 500 nm, preferiblemente inferior a 200 nm, y muy preferiblemente de aproximadamente

100 nm, y 1 a 25% en volumen, preferiblemente 5 al 12% en volumen de aproximadamente de cristalitas oxidados de 10 nm, tales como CaWO_4 , WO_3 o CoWO_4 .

En una segunda realización, la capa contiene también hidróxidos de los metales de la fase aglomerante.

En una tercera realización, no hay óxidos o hidróxidos en absoluto.

- 5 En la totalidad de las tres realizaciones, el contenido de la fase aglomerante de la capa es esencialmente la misma o algo más alta que en la porción interior del anillo de estanqueidad.

10 Según el método de la presente descripción, los anillos de estanqueidad de carburo cementado se lapean sobre las superficies del cierre estanco con discos abrasivos tales como alúmina sinterizada pura o SiC o diamante, durante al menos 10 minutos, de 1000 a 3000 rpm, a una presión de 0,1 a 0,5 MPa, preferiblemente sin ningún medio de desbaste. Preferiblemente, se usa un líquido de lapeado del 10 al 25% de CaOH a un nivel de pH de 8 a 9. También puede haber presente B, S y/o metales tales como Cr y Mo, como sales solubles adecuadas.

15 Como alternativa, el método se puede llevar a cabo con una adición de metal, o metales, resistentes a la corrosión en la superficie, por ejemplo usando métodos de deposición conocidos, tales como PVD o CVD, o cubriendo la superficie con pequeñas cantidades de polvo metálico antes del tratamiento de lapeado para conseguir la capa superficial de grano fino.

El proceso también se puede llevar a cabo en gases que no den como resultado ninguna oxidación del material, tales como Ar o N_2 . En nitrógeno, únicamente se forman pequeñas cantidades de nitruros.

El tratamiento se puede realizar mediante otros métodos tales como cepillado con medios de desbaste de diamante, alúmina o SiC.

- 20 Como alternativa, se pueden usar anillos de carburo cementado en vez de los discos cerámicos anteriormente mencionados.

25 Se ha descrito la invención con referencia al anillo de estanqueidad, pero es obvio que se puede aplicar también a aplicaciones de otras piezas sometidas a desgaste que incluyen deslizamiento a alta velocidad y alta presión sobre la superficie, con alta demanda en las propiedades de deslizamiento, tal como cojinetes, por ejemplo cojinetes en reactores LDPE (polietileno de baja densidad).

Ejemplo 1

30 Se lapearon anillos de estanqueidad de carburo cementado de 55 mm de diámetro exterior y una composición de 6% en peso de Co y WC con un tamaño de grano de aproximadamente 5 μm con un disco cerámico de alúmina como parte contraria deslizante, durante 30 minutos al aire, sin añadir ningún medio de desbaste. La presión sobre la superficie durante el procedimiento de lapeado fue de aproximadamente 0,2 MPa, y una velocidad de rotación de 2000 rpm. Después del tratamiento, los anillos tenían una capa de 3 μm de espesor, que los cubría completamente, consistente en WC nanocristalino y una mezcla de Co y Al_2O_3 . La cantidad de alúmina en el material compuesto de la superficie era minoritaria. También había presentes pequeñas cantidades de WO_3 y CoWO_4 , según los análisis de XRD de la capa superficial.

35 Ejemplo 2

40 Dos anillos de estanqueidad homólogos, de carburo cementado, con un diámetro exterior de 55 mm, y con una composición del 6% en peso de Co y WC con un tamaño de grano de aproximadamente 5 μm , se hicieron rotar, uno respecto al otro, uno en posición estacionaria, con presiones sobre las superficies de aproximadamente 0,2 MPa. Se hicieron rotar los anillos durante 15 minutos, con una velocidad de rotación de 2000 rpm sin ninguna adición de medios de desbaste. Después del tratamiento, los anillos tenían una capa de 4 μm de espesor, que los cubría completamente, consistente en WC y Co nanocristalino, Figura 2. También estaban presentes en la capa superficial pequeñas cantidades de WO_3 y CoWO_4 .

Ejemplo 3

45 Dos anillos homólogos planos, de carburo cementado, con un diámetro exterior de 55 mm, y con una composición del 6% en peso de Co y WC con un tamaño de grano de aproximadamente 5 μm , y con una lisura superficial mate, se hicieron rotar uno respecto al otro, uno en posición estacionaria, con presiones sobre las superficies de aproximadamente 0,2 MPa. El ensayo se realizó con una cámara llena de nitrógeno gas que rodeaba a los anillos que estaban rotando. Se hicieron rotar los anillos durante 15 minutos con una velocidad de rotación de 2000 rpm sin ninguna adición de medio de desbaste. Después del tratamiento, los anillos tenían una capa de 3 μm de espesor, que los cubría completamente, consistente en WC y Co nanocristalino. No se pudieron detectar óxidos en la capa y 50 pequeñas cantidades de nitruros.

Ejemplo 4

5 Dos anillos homólogos planos, de carburo cementado, con un diámetro exterior de 55 mm, y con una composición del 11% en peso de Co y WC con un tamaño de grano de aproximadamente 5 µm, se hicieron rotar, uno respecto al otro, uno en posición estacionaria, con presiones sobre las superficies de aproximadamente 0,2 MPa. Antes de realizar el ensayo, el anillo estacionario se revistió, mediante PVD, con una capa superficial de Cr de 100 nm. Se hicieron rotar los anillos durante 15 minutos, con una velocidad de rotación de 2000 rpm sin ninguna adición de medio de desbaste. Después del tratamiento, los anillos tenían una capa de 2 µm de espesor, que los cubría completamente, consistente en WC, Cr y Co nanocristalino. También estaban presentes en la capa superficial, pequeñas cantidades de WO₃, óxidos de Cr y óxidos mixtos de W-Co-Cr.

10 Ejemplo 5

15 Dos anillos homólogos planos, de carburo cementado, con un diámetro exterior de 55 mm, y con una composición del carburo cementado del 6% en peso de Ni y WC con un tamaño de grano de aproximadamente 5 µm, se hicieron rotar, uno respecto al otro, uno en posición estacionaria, con presiones sobre las superficies de aproximadamente 0,2 MPa. Antes de realizar el ensayo, el anillo estacionario se revistió con aproximadamente 1 mg de Cr en polvo. Se hicieron rotar los anillos durante 15 minutos, con una velocidad de rotación de 2000 rpm sin ninguna adición de medio de desbaste. Después del tratamiento, los anillos tenían una capa de 3 µm de espesor, que los cubría completamente, consistente en WC, Cr y Ni nanocristalino. También se hallaron en la capa superficial, mediante análisis XRD, pequeñas cantidades de WO₃, óxidos de Cr y óxidos mixtos de W-Ni-Cr.

Ejemplo 6

20 Dos anillos de estanqueidad homólogos, de carburo cementado, con un diámetro exterior de 55 mm, y con una composición del carburo cementado del 6% en peso de Ni y WC, con un tamaño de grano de aproximadamente 5 µm, se hicieron rotar, uno respecto al otro, uno en posición estacionaria, con presiones sobre las superficies de aproximadamente 0,2 MPa. Se hicieron rotar los anillos durante 15 minutos, con una velocidad de rotación de 2000 rpm sin ninguna adición de medio de desbaste. Después del tratamiento, los anillos tenían una capa de 1-2 µm de espesor, que los cubría completamente, consistente en WC, Cr y Ni nanocristalino. También estaban presentes en la capa superficial, pequeñas cantidades de WO₃.

Ejemplo 7

30 El coeficiente de fricción inicial para los dos anillos homólogos de carburo cementado, según la técnica anterior, era de 0,4 a una presión de 300 kPa. Los dos anillos de estanqueidad según el ejemplo 2 mostraron en el mismo ensayo un coeficiente de fricción inicial de 0,17

Ejemplo 8

35 Dos anillos homólogos de carburo cementado, según la técnica anterior, mostraron un modelo de grietas regularmente espaciadas después de un deslizamiento en contacto lubricado con agua, durante 700 horas a 3 kPa. Dos anillos homólogos de carburo cementado, según el ejemplo 6, no mostraron ninguna grieta después de estar en funcionamiento durante 700 horas en las mismas condiciones.

Ejemplo 9

40 Dos anillos homólogos planos de clase WC-MeC "Binderless" (sin aglomerante), con un diámetro exterior de 55 mm, y con una composición de, además de WC, 3% en peso de TiC, 1,5% en peso de TaC, 0,5% en peso de NbC, y 0,5% en peso de Co, y con un tamaño de grano del WC de aproximadamente 3 µm, se hicieron rotar uno respecto al otro, uno en posición estacionaria, con presiones sobre las superficies de aproximadamente 0,2 MPa. Durante el ensayo, la cámara de los anillos se llenó con una solución de CaOH de pH = 8. Se hicieron rotar los anillos durante 15 minutos con una velocidad de rotación de 2000 rpm sin ninguna adición de medio de desbaste. Después del tratamiento, los anillos tenían una capa de 2 µm de espesor, que los cubría completamente, consistente en WC, TiC, CaWO₄ y WO₃ nanocristalinos, según análisis WRD, Figura 3.

45 Ejemplo 10

Se llevó a cabo una comparación con anillos de estanqueidad según la técnica anterior en un procedimiento de calificación. Las condiciones del ensayo fueron las siguientes:

50	Medio sobre el lado sometido a presión:	Agua
	Medio en el lado de la atmósfera:	Seco
	Velocidad de rotación:	3000 rpm
	Presión sobre el anillo de estanqueidad (MPa):	0,4
	Temperatura (°C):	40
	Tiempo (h):	800

ES 2 535 805 T3

La superficie del cierre estanco en los anillos según la técnica anterior era una superficie lisa brillante. Los anillos según la invención (ejemplo 6) tenían una superficie del cierre estanco plana y mate.

Los anillos según la invención se comportaron muy bien con un movimiento ligero durante todo el periodo de ensayo. No se observaron fracturas prematuras.

- 5 Los anillos según la técnica anterior fueron parados al cabo de 12 horas debido a la alta fricción y a las condiciones peligrosas de movimiento. Se produjeron fracturas prematuras con grietas y se desprendieron de la superficie fragmentos de carburo cementado.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Pieza de carburo cementado sometida a desgaste, con una porción interior y una superficie sometida a desgaste, basada en WC y una fase aglomerante de Co, Ni y/o Fe, caracterizada porque el tamaño de grano del WC es de 2 a 6 μm en dicha porción interior y dicha superficie sometida a desgaste comprende una capa superficial con un espesor de 0,5 a 25 μm , preferiblemente 1 a 10 μm , en la que el tamaño medio de grano de WC es inferior a 500 nm.
2. Pieza de carburo cementado sometida a desgaste, según la reivindicación 1, caracterizada porque dicha capa superficial contiene además 1 a 25% en volumen, preferiblemente 5 a 12% en volumen, de cristalitas oxidadas tales como CaWO_4 , WO_3 o CoWO_4 , de 10 nm de tamaño medio.
- 10 3. Pieza de carburo cementado sometida a desgaste, según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizada porque dicha capa superficial contiene además hidróxidos de los metales de la fase aglomerante.
4. Pieza de carburo cementado sometida a desgaste, según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizada porque consiste en WC, 4 a 15% en peso, preferiblemente 5 a 12% de Co, y/o Ni y/o Fe.
- 15 5. Pieza de carburo cementado sometida a desgaste, según una cualquiera de las reivindicaciones 1-3, caracterizada porque consiste en WC y <1% en peso de fase aglomerante.
6. Pieza de carburo cementado sometida a desgaste, según una cualquiera de las reivindicaciones 1-5, caracterizada porque es un anillo de estanqueidad.
- 20 7. Un método para hacer una pieza de carburo cementado sometida a desgaste con una superficie sometida a desgaste, basada en WC y una fase aglomerante de Co, Ni y/o Fe, la superficie sometida a desgaste comprende una capa superficial con un espesor de 0,5 a 25 μm , preferiblemente 1 a 10 μm , en la que el tamaño medio de grano de WC es inferior a 500 nm, caracterizado por lapear la superficie sometida a desgaste con un disco abrasivo durante al menos 10 minutos, de 1000 a 3000 rpm, a una presión de 0,1 a 0,5 MPa, preferiblemente sin ningún medio de desbaste.
- 25 8. Un método según la reivindicación 7, caracterizado por usar un líquido de lapeado de 10 a 25% de CaOH, a un nivel de pH de 8 a 9.
9. Un método según una cualquiera de las reivindicaciones 7 u 8, caracterizado por usar un líquido de lapeado que contiene también B, S y/o metales tales como Cr y Mo, presentes como una sal soluble adecuada.
- 30 10. Un método según una cualquiera de las reivindicaciones 7 - 9, caracterizada por aplicar a la superficie un metal, o metales, resistentes a la corrosión, por ejemplo usando métodos de deposición conocidos tales como PVD o CVD, o cubriendo la superficie con pequeñas cantidades de polvo metálico antes del tratamiento de lapeado.
11. Un método según una cualquiera de las reivindicaciones 7 - 10, caracterizada por usar como disco abrasivo un anillo de carburo cementado.
- 35 12. Un método según una cualquiera de las reivindicaciones 7 - 11, caracterizada porque la pieza de carburo cementado sometida a desgaste consiste en WC, 4 a 15% en peso, preferiblemente 5 a 12% en peso de Co y/o Ni y/o Fe.
13. Un método según una cualquiera de las reivindicaciones 7 - 11, caracterizada porque la pieza de carburo cementado sometida a desgaste consiste en WC y <1% en peso de fase aglomerante.
- 40 14. Un método según una cualquiera de las reivindicaciones 7 - 13, caracterizada porque la pieza de carburo cementado sometida a desgaste es un anillo de estanqueidad.

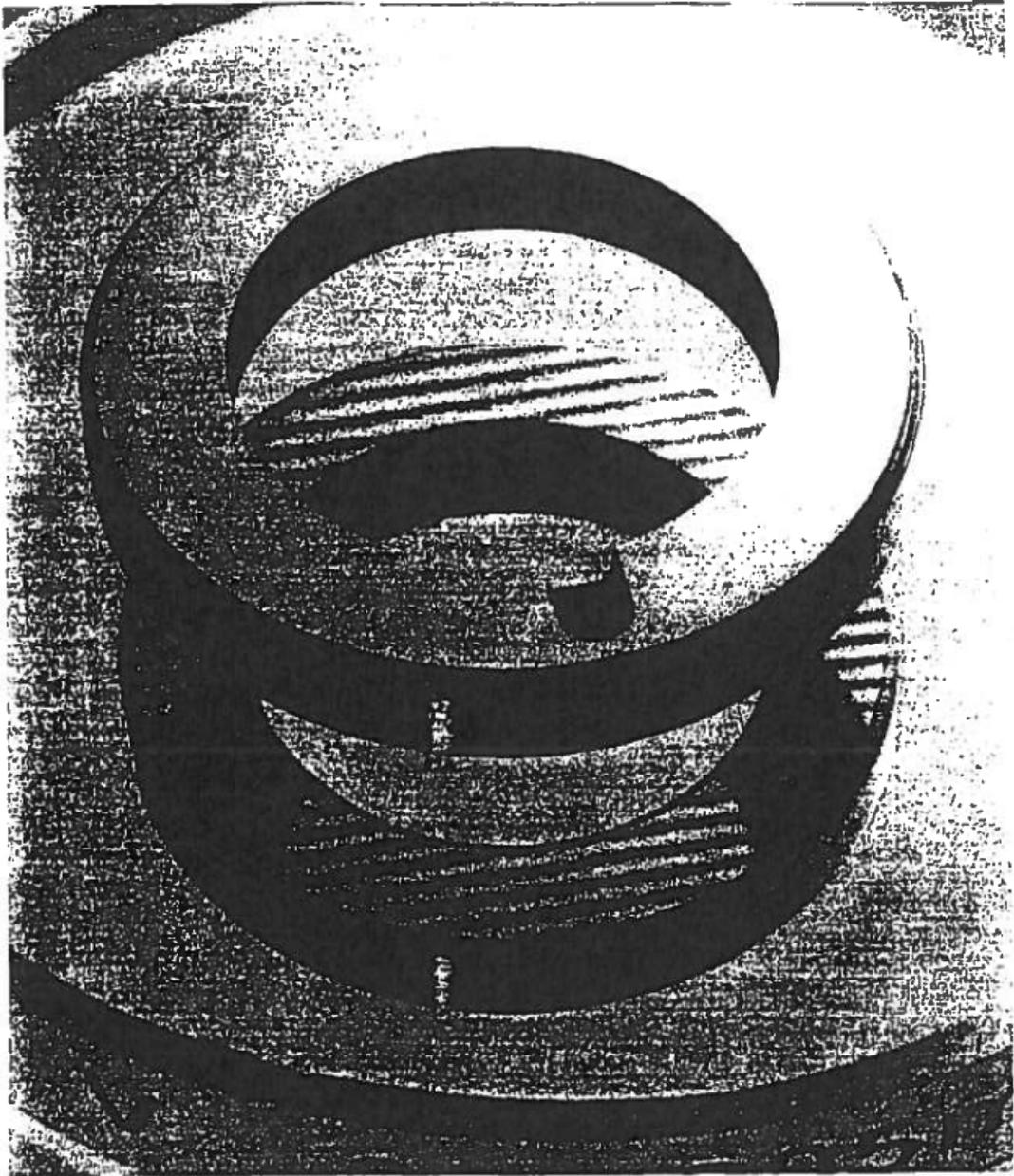


Fig. 1

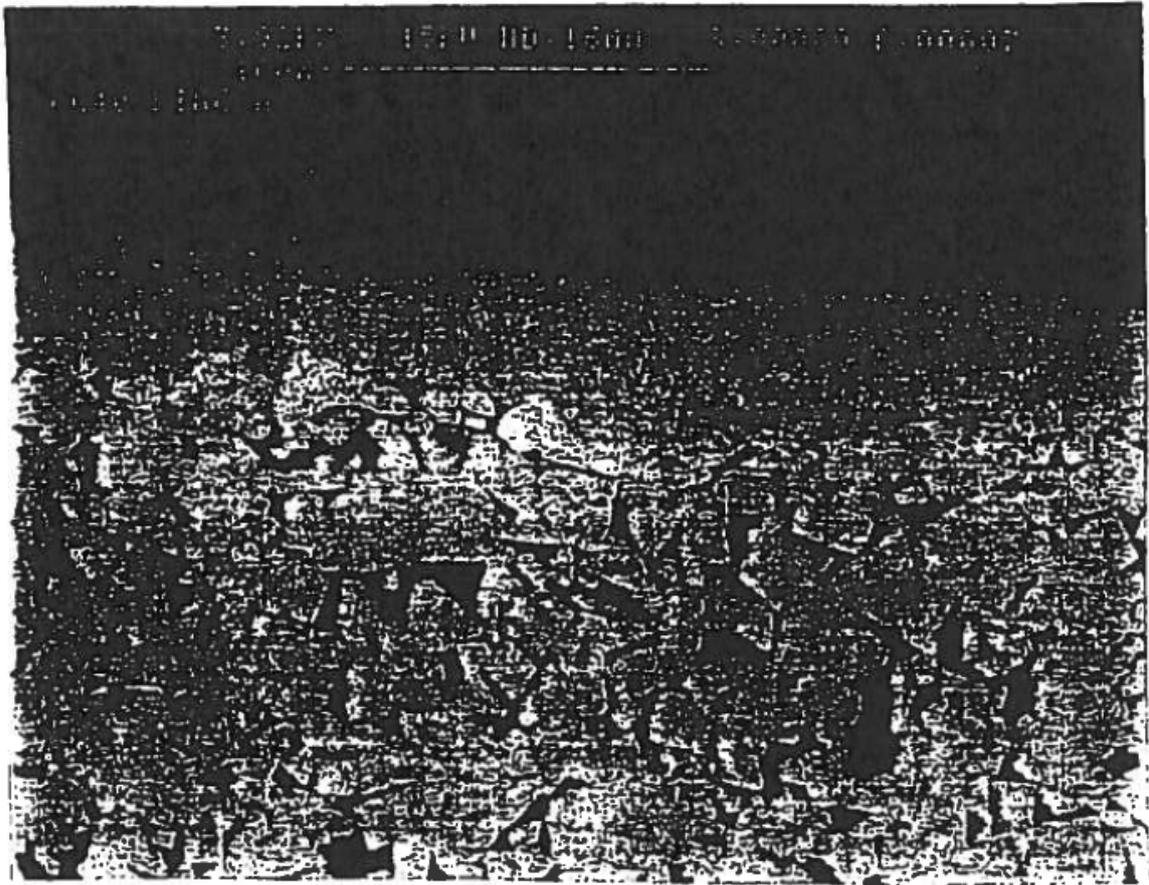


Fig. 2

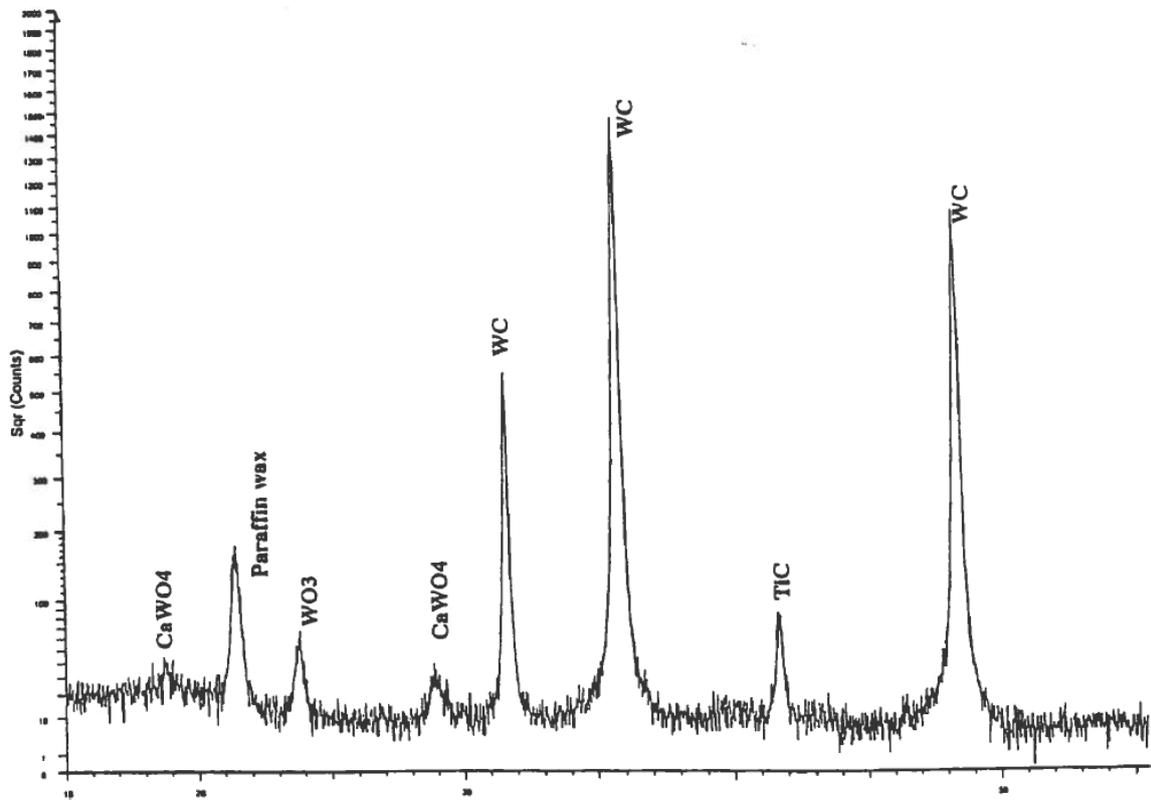


Fig. 3