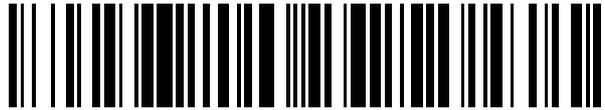


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 562 454**

51 Int. Cl.:

H01J 37/32 (2006.01)

C23C 14/32 (2006.01)

C23C 14/08 (2006.01)

C23C 28/04 (2006.01)

F01D 5/28 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **19.01.2006 E 10011124 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.12.2015 EP 2355126**

54 Título: **Capa de material duro**

30 Prioridad:

24.03.2005 CH 518052005

03.08.2005 CH 12892005

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

04.03.2016

73 Titular/es:

**OERLIKON SURFACE SOLUTIONS AG,
TRÜBBACH (100.0%)
Hauptstrasse 53
9477 Trübbach, CH**

72 Inventor/es:

**RAMM, JUERGEN;
WIDRIG, BENO y
KALSS, WOLFGANG**

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 562 454 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

Capa de material duro

5 La invención se refiere a una capa de material duro en forma de una capa funcional oxidica (32) de PVD en arco que se deposita sobre una pieza de trabajo (30) según el preámbulo de la reivindicación 1, así como a un procedimiento de revestimiento de una pieza de trabajo con una capa de material duro según el preámbulo de la reivindicación 6 y a una planta de tratamiento en vacío según la reivindicación 10.

10 El uso de fuentes de evaporador de arco, también conocidas como cátodos de descarga de chispa, por alimentación impulsos eléctricos es conocido por el estado de la técnica desde hace ya bastante tiempo. Se pueden conseguir velocidades de evaporación elevadas, y así velocidades elevadas de deposición durante el revestimiento, de manera económicamente eficaz mediante el uso de fuentes de evaporador de arco. Además, la preparación de tal fuente es relativamente simple de realizar técnicamente. Estas fuentes funcionan con corrientes que están típicamente en el intervalo de alrededor de 100 A y más, y a tensiones desde algunos voltios hasta algunos múltiplos de 10 voltios, y se pueden realizar mediante el uso de alimentaciones de corriente continua relativamente baratas. Una desventaja significativa de estas fuentes es que se desarrolla rápidamente una fusión extremadamente fluida sobre la superficie del blanco en la zona del trazo catódico, como resultado de lo cual se forman gotas, las llamadas gotitas, que son proyectadas en forma de salpicaduras y que después se condensan sobre la pieza de trabajo, por lo que tienen una influencia indeseada sobre las propiedades de las capas. Un resultado típico es que la estructura de las capas se hace heterogénea, y la rugosidad superficial es pobre. Cuando existe una gran demanda en la calidad de revestimiento, las capas producidas de esta manera a menudo no se pueden usar comercialmente. Por lo tanto, ya se han hecho intentos de reducir estos problemas haciendo funcionar la fuente del evaporador de arco mediante el uso de una alimentación de corriente pulsada pura. Sin embargo, hasta ahora solamente se han podido conseguir mejoras marginales en la formación de salpicaduras.

El uso de gases reactivos para la deposición de compuestos desde un blanco metálico en un plasma reactivo se ha limitado hasta ahora solamente a la producción de capas eléctricamente conductoras. El problema de la formación de salpicaduras se incrementa en la producción de capas eléctricamente no conductoras, es decir, dieléctricas, tales como, por ejemplo, de óxidos, cuando se usa oxígeno como gas reactivo. El nuevo recubrimiento - inherente al proceso en este caso - de las superficies de los blancos del evaporador de arco y los contraelectrodos, como los ánodos y también otras partes de la planta de proceso en vacío, con una capa no conductora, conduce a condiciones completamente inestables, e incluso a la extinción del arco eléctrico. En este caso se debería re-encender éste continuamente, o de otra manera el proceso se haría enteramente imposible.

35 En el documento EP 0 666 335 B1 (correspondiente al documento DE 44 01 986 A1) se hace la sugerencia de superponer a la corriente continua una corriente pulsátil para la deposición de materiales metálicos puros mediante el uso de un evaporador de arco para poder reducir así el efecto de la alimentación de corriente continua CC básica, por lo que se reduce la formación de las salpicaduras. Para esto, son necesarias corrientes pulsadas de hasta 5000 A, y éstas se deben generar mediante el uso de una descarga de condensador a frecuencias de impulsos relativamente bajas en el intervalo de 100 Hz a 50 kHz. Este proceso se propone para impedir la formación de gotitas durante la evaporación no reactiva de blancos metálicos puros mediante el uso de una fuente de evaporador de arco. En ese documento no se proporciona una solución para la deposición de capas no conductoras dieléctricas.

45 Cuando se lleva a cabo el revestimiento reactivo mediante el uso de fuentes de evaporador de arco existe una carencia de reactividad y estabilidad del proceso, en particular en la producción de capas aislantes. En contraste con otros procesos de PVD (por ejemplo pulverización catódica), las capas aislantes se pueden producir hasta ahora por medio de la evaporación de arco solamente mediante el uso de blancos eléctricamente conductores. El uso de frecuencias elevadas, como es el caso en la pulverización catódica, ha fracasado hasta ahora debido a la carencia de una tecnología adecuada para el funcionamiento de una alimentación de corriente elevada a frecuencias elevadas. El uso de alimentaciones de corriente pulsada parece ser una opción. Sin embargo, la chispa, como se mencionó anteriormente, se debe re-encender entonces continuamente o la frecuencia de los impulsos se debe seleccionar a un nivel tan elevado que la chispa no se extinga. Esto parece funcionar para aplicaciones que usan materiales especiales, por ejemplo con grafito, como se describe en el documento DE 3901401. Sin embargo, se debe mencionar que el grafito no es un aislante, sino que es eléctricamente conductor, aunque es peor conductor que los metales normales.

60 El re-encendido mediante el uso de un contacto mecánico y una alimentación eléctrica de CC no es posible para las superficies de los blancos oxidados. El problema real de la evaporación de arco reactivo es la deposición de capas aislantes sobre el blanco y el ánodo, o sobre la cámara de revestimiento cuando funciona como ánodo. Estos revestimientos aislantes incrementan la tensión de mantenimiento de la descarga de chispa en el transcurso de su formación y conducen a un incremento de las salpicaduras y las descargas, un proceso inestable que finaliza con la interrupción de la descarga de chispas. Esto va acompañado por un recubrimiento del blanco con un crecimiento de islotes que reduce el área de la superficie conductora. Un gas reactivo extremadamente diluido (p.ej. una mezcla de

argón/oxígeno) puede retrasar el crecimiento sobre el blanco, pero no resolverá el problema esencial de la inestabilidad del proceso. La propuesta dada en el documento US 5.103.766 para hacer funcionar el cátodo y el ánodo mediante el uso de un re-encendido alternante correspondiente ayuda a la estabilidad del proceso, pero conduce a un incremento de las salpicaduras.

5 La solución de usar una alimentación de corriente pulsada, como es posible, por ejemplo, para la pulverización catódica reactiva, no se puede adaptar al uso de un proceso clásico de evaporación de chispa. Esto se debe a que la descarga luminiscente "dura más" que una chispa cuando se interrumpe la alimentación de corriente.

10 Para evitar el problema del depósito de una capa aislante sobre el blanco en procesos reactivos para la creación de capas aislantes, la entrada del gas reactivo puede estar separada físicamente del blanco (entonces la reactividad del proceso solamente se puede garantizar si la temperatura en el sustrato permite también una oxidación/reacción), o puede tener lugar una separación entre las salpicaduras y la porción ionizada (el denominado arco filtrado), y los gases reactivos se pueden añadir al vapor ionizado después de la filtración.

15 Todavía existe el deseo de reducir adicionalmente la carga térmica sobre los sustratos o de mantenerla dentro de límites de escala y poder llevar a cabo procesos a baja temperatura para el revestimiento catódico de chispa.

20 En el documento WO-03018862 se describe el funcionamiento pulsado de fuentes de plasma como posible manera de reducir la carga térmica en el sustrato. Sin embargo, el razonamiento se aplica allí en general al ámbito de los procesos de pulverización catódica. No se hace referencia a la evaporación de chispa.

25 En la publicación de Takikawa H et al. ("Properties of titanium oxide film prepared by reactive cathodic arc deposition": Thin Solid Films, Elsevier-Sequoia S.A. Lausanne CH, vol. 348, No. 1-2, 6 de Julio de 1999, páginas 145-151, XP004177574), se describe la fabricación de capas de óxido de titanio con una fuente de evaporador de arco de esta clase con "arco filtrado" y se la compara con una fuente de evaporador de arco convencional con "arco no filtrado". El evaporador de arco con blanco de titanio metálico se hace funcionar con tensión continua y se introduce oxígeno en la cámara de vacío para la deposición reactiva de óxido de titanio. Para reducir las macropartículas (gotitas) resultantes se monta en la disposición presentada el evaporador de arco en el extremo de un cilindro curvado de tal manera que el blanco de la fuente no presente una unión vista con el sustrato. Con un campo magnético a lo largo del cilindro curvado se conduce el plasma del evaporador de arco en dirección al sustrato que se debe revestir, introduciéndose el oxígeno en costuras del sustrato. Se deben separar así localmente la zona del blanco y la zona del sustrato con el oxígeno y, por tanto, se debe impedir la formación de gotitas en el sustrato. Para poder oxidar mejor la totalidad de la capa se ha montado detrás del sustrato una disposición de calentamiento para calentar el sustrato (operación de recocido).

35 Una planta de vacío para revestir piezas de trabajo con un evaporador de arco se encuentra descrita en el documento EP 1 186 681 A1. En este caso, se presenta también la posibilidad de aumentar la flexibilidad de la planta previendo una disposición adicional de descarga en arco de baja tensión. Con el arco adicional de baja tensión se puede realizar en la misma planta, por un lado, una corrosión, una pulverización catódica o un revestimiento asistido por iones (chapado iónico) y, por otro lado, se pueden depositar capas con el evaporador de arco. Estos procesos pueden efectuarse uno tras otro o bien simultáneamente o pueden realizarse también transiciones fluidas.

45 En particular, durante cierto tiempo ha existido en el área de uso de los revestimientos de material duro la necesidad de poder producir materiales duros oxidicos con una dureza y una fuerza adhesiva adecuadas y que estén determinados por las propiedades tribológicas deseadas. Una parte importante de esto se podría realizar mediante óxidos de aluminio, en particular óxidos de aluminio-cromo. La estado actual de la técnica en el área de PVD (deposición física en fase vapor) ha estado relacionada principalmente con la producción de óxido de aluminio gamma y alfa. El procedimiento que se cita más es la pulverización catódica mediante magnetrón doble, que tiene desventajas significativas para esta aplicación en cuanto a la fiabilidad del proceso y el coste. Las patentes japonesas se concentran más en sistemas de revestimiento combinados con las herramientas, y citan, por ejemplo, el proceso de chapado iónico de arco como método de producción. Existe el deseo general de poder depositar óxido de aluminio alfa. Sin embargo, en los procedimientos normales de PVD son necesarias temperaturas del sustrato de alrededor de 700°C o más para que se pueda obtener esta estructura. Algunos usuarios han intentado evitar estas temperaturas elevadas de una manera elegante por medio de capas de nucleación (oxidación de TiAlN, sistema Al-Cr-O). Pero esto no hace necesariamente que el proceso sea más barato y más rápido. Hasta ahora también ha parecido imposible producir capas de óxido de aluminio alfa de una manera satisfactoria mediante el uso de la evaporación de arco.

60 Con referencia al estado de la técnica, a continuación se presenta un resumen de las desventajas, en particular con respecto a la producción de capas oxidicas mediante el uso de un proceso reactivo:

1. No es posible un control de proceso estable para la deposición de capas aislantes cuando no hay una separación física entre el cátodo o ánodo del evaporador de arco para la descarga del arco y el área del sustrato al usar una entrada de gas reactivo.

2. No hay una solución esencial para el problema de la generación de salpicaduras: los conglomerados (salpicaduras) no reaccionan completamente, lo que da como resultado la formación de partes metálicas dentro de la capa, la generación de una rugosidad incrementada en la superficie de la capa y la perturbación de la uniformidad de la estructura de la capa y la estequiometría.

3. Hay posibilidades inadecuadas para la realización de procesos a temperatura baja, ya que la carga térmica en los sustratos es demasiado grande e inadecuada para la producción de óxidos con fases de temperatura elevada.

4. Hasta ahora no ha sido posible la producción de capas intermedias graduadas lisas para capas aislantes mediante el uso de evaporación de arco.

En contraste con la pulverización catódica, el revestimiento mediante el uso de chispas catódicas es esencialmente un proceso de vaporización. Se supone que en la transición entre el trazo del cátodo caliente y su borde se desprenden trozos que no son de tamaño atómico. Estos conglomerados impactan como tales en el sustrato, y dan como resultado capas rugosas que no pueden reaccionar completamente con las salpicaduras. Hasta la fecha no se ha podido conseguir evitar o dividir estas salpicaduras, especialmente para los procesos de revestimiento reactivos. En tales procesos se forma sobre el cátodo de la fuente de evaporador de arco, por ejemplo en una atmósfera de oxígeno, una fina capa de óxido adicional que tiende a incrementar la formación de salpicaduras.

La intención de la presente invención es la eliminación de las desventajas antes mencionadas del estado de la técnica. En particular, su propósito es permitir la deposición económicamente eficaz de capas con propiedades mejoradas mediante el uso de al menos una fuente de evaporador de arco, de tal manera que la reactividad en el proceso se incremente por medio de una mejor ionización del material vaporizado y el gas reactivo implicado en el proceso. En este proceso reactivo se pretende que el tamaño y la frecuencia de las salpicaduras se reduzcan significativamente, en particular en procesos reactivos para la producción de capas aislantes. Además, se pretende conseguir una forma mejor de control del proceso, tal como para la monitorización de las velocidades de vaporización, un incremento en la calidad de las capas, la capacidad de variar las características de las capas, una mejora en la homogeneidad de la reacción y una reducción en la rugosidad de la superficie de la capa depositada. Estas mejoras también son de importancia particular en la producción de capas y/o aleaciones graduadas. Se pretende mejorar en general la estabilidad del proceso en procesos reactivos para la generación de capas aislantes.

En particular, se pretende conseguir un proceso de evaporación de arco que permita la deposición económicamente eficaz de capas oxídicas de material duro, capas de óxido de aluminio y/o capas de óxido de aluminio-cromo que, de preferencia, posean sustancialmente una estructura alfa y/o gamma.

Además, se pretende conseguir un proceso a temperatura baja, preferiblemente por debajo de 700°C, también con un nivel elevado de eficacia económica en el procedimiento. Asimismo, se debería poder mantener tan bajo como sea posible el coste del equipo y en particular de la alimentación eléctrica para el funcionamiento pulsado. Los objetivos mencionados anteriormente se pueden dar individualmente y en combinación, dependiendo de las necesidades del área de aplicación correspondiente.

Según la invención, este propósito se cumple mediante una capa de material duro de acuerdo con la reivindicación 1 producida por un procedimiento de PVD con evaporación de arco y mediante la realización de un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 6 para la producción de tal capa sobre una pieza de trabajo. La reivindicación 10 se refiere a una planta de tratamiento en vacío para la deposición de dicha capa. Las reivindicaciones dependientes definen otras formas de realización beneficiosas.

Según la invención, este propósito se consigue mediante la formación de una capa de material duro en forma de una capa funcional de PVD en arco depositada sobre una pieza de trabajo, en donde la capa está formada sustancialmente por un óxido eléctricamente aislante y comprende al menos uno de los metales (Me) Al, Cr, Fe, Ni, Co, Zr, Mo, Y, y en donde la capa funcional tiene un contenido de gases nobles y/o de halógenos de menos del 2%. El contenido de gases nobles es preferiblemente menor del 0,1%, particularmente menor del 0,05% o aún mejor igual a cero, y/o el contenido de halógenos es menor del 0,5%, particularmente menor del 0,1% o aún mejor igual a cero. Estos gases deben estar presentes en un volumen tan bajo como sea posible en la capa, y, por tanto, el proceso de evaporación de arco se debe llevar a cabo exclusivamente mediante el uso de un gas reactivo puro o una mezcla de gases reactivos puros sin la presencia de gases nobles, tales como He, Ne, Ar, o gases halógenos, tales como F₂, Cl₂, Br₂, J₂, o compuestos que contienen halógenos, tales como CF₆ o sustancias similares.

Los procesos de CVD conocidos usan gases halógenos con los que se deposita una capa a temperaturas elevadas indeseadas de alrededor de 1100°C. Los procesos de pulverización catódica conocidos funcionan mediante el uso de una elevada proporción de gas noble, tal como argón, incluso en condiciones de procesos reactivos. El contenido de tales gases en la capa debería estar por debajo de los valores mencionados anteriormente, o de preferencia

debería ser cero. El proceso de evaporación de arco pulsado según la invención permite también operar sin el uso de tales gases de proceso.

La solicitud de patente previa con el número de solicitud CH 00518/05 muestra ya básicamente una aproximación para la solución de este problema. Se presenta una primera solución que es especialmente adecuada para superficies de blancos que reaccionan completamente, y demuestra una reducción significativa de la formación de salpicaduras en comparación con los blancos del evaporador de arco que funcionan con CC. En esta solicitud se propone que se superponga a la alimentación de CC para una fuente de evaporador de arco un impulso eléctrico de corriente elevada de una alimentación eléctrica pulsada, tal como se muestra de forma esquemática en la Figura 2.

Se consigue una reducción adicional de las salpicaduras y de su tamaño con un nivel mayor de eficacia económica mediante el proceso proporcionado en la siguiente solicitud de patente CH 01289/05, que reivindica la prioridad de CH 00518/05 y que representa un desarrollo ampliado. En esta solicitud se propone una planta de proceso en vacío para el tratamiento superficial de piezas de trabajo mediante el uso de al menos una fuente de evaporador de arco, con un primer electrodo que se conecta a una alimentación eléctrica de CC, estando previsto, además, un segundo electrodo que se localiza por separado de la fuente de evaporador de arco, y ambos electrodos están conectados a una única alimentación eléctrica pulsada. Se hace así que funcione un circuito de descarga adicional entre los dos electrodos con solamente una única alimentación eléctrica pulsada, lo que permite una velocidad especialmente elevada de ionización de los materiales implicados con una muy buena capacidad para controlar el proceso.

El segundo electrodo puede ser en este caso una fuente de evaporador de arco adicional, un soporte para la pieza de trabajo o la pieza de trabajo propiamente dicha, con lo que el segundo electrodo en este caso se hace funcionar como un electrodo de polarización, o el segundo electrodo también puede tomar la forma de un crisol de vaporización que funciona como el ánodo de un evaporador de arco de baja tensión.

Un montaje especialmente preferible es aquel en el que ambos electrodos son los cátodos de sendas fuentes de evaporador de arco, y en el que estas fuentes de evaporador de arco están conectadas cada una de ellas por separado directamente a una alimentación eléctrica de CC para mantener una corriente de retención, y en el que ambos cátodos están conectados a una única alimentación eléctrica pulsada de tal manera que los arcos o las descargas de arco de ambas fuentes no se extingan durante su funcionamiento. Así, en esta configuración solamente es necesaria una alimentación eléctrica pulsada, ya que ésta se coloca inmediatamente entre ambos cátodos de los evaporadores de arco. Además del nivel elevado de ionización y la buena capacidad para controlar el proceso, se ajusta también un alto rendimiento del montaje. Entre estos dos electrodos y la sección de descarga por impulsos generados adicionalmente se forma eléctricamente con respecto a esta sección de descarga un impulso bipolar con porciones negativa y positiva, como resultado de lo cual se puede usar todo el periodo de esta tensión alterna suministrada para el proceso. No se crean realmente pausas de impulsos sin usar, y tanto los impulsos negativos como los positivos en total proporcionan una contribución ininterrumpida para el proceso. La velocidad de deposición se puede incrementar adicionalmente sin tener que usar alimentaciones eléctricas pulsadas adicionales caras. Este montaje con dos fuentes de evaporador de arco es especialmente adecuado para la deposición de capas desde un blanco metálico mientras se usa un gas reactivo. Con este montaje incluso es posible prescindir completamente de gases nobles de soporte, tal como argón, y se puede trabajar mediante el uso de un gas reactivo puro, incluso, sorprendentemente, con oxígeno puro. Como resultado del nivel elevado de ionización así obtenible, tanto del material vaporizado como del gas reactivo, tal como, por ejemplo, oxígeno, se producen capas no conductoras con un alto nivel de calidad que se acercan a la calidad del material a granel. El proceso también funciona de una manera muy estable, y, sorprendentemente, la formación de salpicaduras también se reduce drásticamente o se evita casi completamente. Sin embargo, las ventajas anteriormente mencionadas también se pueden conseguir por medio del uso de otras fuentes como un segundo electrodo, por ejemplo un electrodo de polarización o un crisol evaporador de arco de baja tensión, aunque los efectos ventajosos anteriormente mencionados no se consiguen al mismo nivel que con la ejecución del montaje con dos evaporadores de arco.

La presente solicitud reivindica la prioridad de las dos solicitudes anteriores CH 00518/05 y 01289/05 mencionadas, que demuestran básicamente una primera aproximación a una solución para el presente problema de la deposición de capas oxídicas eléctricamente no conductoras. La invención revelada en la presente solicitud de patente representa un desarrollo adicional con respecto al control y la aplicación del proceso.

La invención se explica con más detalle en la siguiente sección en forma de ejemplos y esquemas con figuras. Muestran:

Figura 1 una representación esquemática de una planta de revestimiento por evaporador de arco que corresponde al estado de la técnica;

Figura 2 un primer montaje con una fuente de evaporador de arco alimentada con CC en funcionamiento con un impulso superpuesto de corriente elevada;

Figura 3 un segundo montaje con dos fuentes de evaporador de arco alimentadas con CC y, colocada entre ellas, una alimentación eléctrica pulsada de corriente elevada de acuerdo con la invención, o sea, un montaje de evaporador de arco de impulso doble;

Figura 4 una sección transversal a través de una capa depositada en forma de una capa múltiple según la invención; y

Figura 5 una sección transversal ampliada de la capa de la Figura 4.

En la Figura 1 se muestra una planta de proceso en vacío, que es parte de un montaje conocido por el estado de la técnica, para el funcionamiento de una fuente de evaporador de arco 5 por medio de una alimentación de corriente CC 13. La planta 1 está equipada con un sistema de bombas 2 para la creación del vacío necesario en la cámara de la planta de proceso en vacío 1. El sistema de bombas 2 permite el funcionamiento de la planta de revestimiento a una presión $< 10^{-1}$ mbar y también asegura el funcionamiento con los gases reactivos típicos, tales como O_2 , N_2 , SiH_4 , hidrocarburos, etc. Los gases reactivos se introducen en la cámara 1 por medio de una entrada de gas 11 y se distribuyen allí convenientemente. También es posible introducir gases reactivos adicionales a través de entradas de gas adicionales, o bien gases nobles, tal como argón, si ello es necesario, por ejemplo, para procesos de ataque químico o para la deposición de capas no reactivas, para poder usar los gases individualmente y/o en mezclas. El soporte 3 para la pieza de trabajo dispuesto en la planta se usa para sujetar y proporcionar el contacto eléctrico para las piezas de trabajo, que ya no se muestran aquí, y que normalmente están fabricadas de materiales metálicos, y para la deposición de capas de material duro mediante el uso de tales procesos. Una fuente de corriente polarizada 4 se conecta eléctricamente con el soporte 3 de la pieza de trabajo para suministrar una tensión de sustrato o una tensión polarizada a las piezas de trabajo. La fuente de corriente polarizada 4 puede ser una fuente de corriente de sustrato de CC, CA o bipolar o unipolar pulsada. Se puede introducir un gas noble o un gas reactivo a través de una entrada (11) de gas de proceso para proporcionar y controlar la presión del proceso y la composición del gas en la cámara de tratamiento.

Los elementos de la fuente de evaporador de arco 5 son un blanco 5' con una placa de refrigeración detrás del mismo y una varilla de encendido 7 que está localizada en el área periférica de la superficie del blanco, así como un ánodo 6 que rodea el blanco. Mediante el uso de un interruptor 14 es posible seleccionar entre el funcionamiento oscilante del ánodo 6 del polo positivo de la fuente de corriente 13 y el funcionamiento con un potencial definido de cero o potencial de tierra. Por ejemplo, mediante el uso de la varilla de encendido 7 en el encendido del arco eléctrico en la fuente de evaporador de arco 5 se crea un contacto breve con el cátodo, y después se retira dicha varilla, lo que da como resultado la creación de una chispa. La varilla de encendido 7 está conectada para ello, por ejemplo, con el potencial del ánodo por medio de una resistencia que limita la corriente.

La planta de proceso en vacío 1 se puede equipar, además, facultativamente con una fuente de plasma adicional 9 si el transcurso del proceso lo requiere. En este caso, la fuente de plasma 9 se usa como una fuente para la generación de un arco de baja tensión con un cátodo caliente. El cátodo caliente puede, por ejemplo, tomar la forma de un filamento que se coloca en una cámara de ionización pequeña en la cual se introduce un gas de trabajo, tal como, por ejemplo, argón, a través de una entrada 8 de gas para la generación de una descarga de arco de baja tensión que alcanza la cámara principal de la planta de proceso en vacío 1. Se coloca de manera adecuada un ánodo 15 para la formación de la descarga de arco de baja tensión en la cámara de la planta de proceso en vacío 1 y se le hace funcionar de la manera conocida mediante el uso de una alimentación de corriente CC entre el cátodo y la fuente de plasma 9 y el ánodo 15. Si es necesario, se pueden proporcionar bobinas 10, 10' adicionales, tal como, por ejemplo, en montajes de tipo Helmholtz, que se colocan alrededor de la planta de proceso en vacío 1 para la concentración y el guiado magnéticos del plasma de arco de baja tensión.

Según la invención, el funcionamiento se lleva a cabo convenientemente, tal como se muestra en la Figura 2, mediante el uso de la fuente de evaporador de arco 5 equipada adicionalmente con una alimentación de corriente elevada pulsada 16'. Esta alimentación de corriente pulsada 16' se superpone de manera ventajosa directamente sobre la alimentación de corriente CC. Naturalmente, ambas alimentaciones se deben hacer funcionar de una manera eléctricamente desacoplada una de otra por su propia protección. Esto se puede llevar a cabo de una manera normal mediante el uso de filtros, tales como inductancias, una situación conocida para el especialista en electrónica. Simplemente mediante el uso de este montaje es posible, según la invención, depositar capas únicamente mediante el uso de gas reactivo puro o mezclas de gases reactivos, tales como óxidos, nitruros, etc., sin la presencia indeseada de porciones de gas de soporte, tal como, por ejemplo, argón, como es el caso en los procesos de pulverización catódica por PVD, o halógenos de los precursores de los procesos de CVD. En particular, así es posible generar óxidos puros eléctricamente no conductores en la forma cristalina deseada, que son muy difíciles de producir de una manera económicamente eficaz, y depositarlos en forma de una capa. Así, este procedimiento de evaporación reactiva de arco pulsado se conoce como procedimiento RPAE.

En otra ejecución de un montaje del proceso en vacío mejorada y preferida según la invención se proporciona entonces una segunda fuente de evaporador de arco 20 con el segundo electrodo de blanco 20', además de la primera fuente de evaporador de arco 5 con el electrodo de blanco 5', tal como se muestra en la Figura 3. Ambas fuentes de evaporador de arco 5, 20 se hacen funcionar mediante el uso de sendas alimentaciones de corriente CC

13 y 13', de tal manera que las alimentaciones de corriente CC aseguren el mantenimiento de la descarga de arco mediante el uso de una corriente básica. Las alimentaciones de corriente CC 13, 13' corresponden al estado de la técnica actual, y se pueden realizar con un coste bajo. Ambos electrodos 5', 20', que forman los cátodos de las dos fuentes de evaporador de arco 5, 20, están conectados a una única alimentación de corriente pulsada 16, según la presente invención, que es capaz de proporcionar una corriente pulsada elevada a los dos electrodos 5', 20' con unos impulsos de forma y pendiente de flanco definidas. En el montaje mostrado en la Figura 3 los ánodos 6 de las dos fuentes de evaporador de arco 5, 20 dependen del potencial eléctrico de la conexión a tierra de la planta de proceso 1. Esto se conoce también, por tanto, como evaporación de arco pulsado doble (DPAE).

Es posible hacer funcionar las descargas de chispas de manera conectada a tierra o sin conectar a tierra. En el caso preferido sin conexión a tierra, la primera alimentación de corriente CC 13 se conecta por medio de su polo negativo al cátodo 5' de la primera fuente de evaporador de arco 5 y por medio de su polo positivo al ánodo opuesto de la segunda fuente de evaporador de arco 20. La segunda fuente de evaporador de arco 20 se hace funcionar de manera análoga, y la segunda alimentación de corriente 13' se conecta al polo positivo del ánodo de la primera fuente de evaporador de arco 5. Este funcionamiento contrapuesto de los ánodos de las fuentes de evaporador de arco conduce a una mejor ionización de los materiales del proceso. El funcionamiento sin conexión a tierra y el funcionamiento oscilante o suspendido de las fuentes de evaporador de arco 5, 20 también se pueden llevar a cabo sin el uso de la alimentación contrapuesta de los ánodos. Además, es posible proporcionar un interruptor 14, tal como se muestra en la Figura 1, para poder conmutar entre el funcionamiento conectado a tierra y sin conectar a tierra, según se desee.

La alimentación para este "modo pulsado doble" debe poder pasar por diversos intervalos de impedancia y todavía mantener una tensión "dura". Esto significa que la alimentación debe proporcionar corrientes elevadas, pero, sin embargo, debe ser capaz de funcionar en general a una tensión estable. Un ejemplo de tal sistema de alimentación se registró en paralelo con la misma fecha que la solicitud de patente nº CH 1289/05 anteriormente mencionada bajo la referencia nº CH 518/05.

La primera y más preferida área de aplicación para esta invención es para la evaporación catódica de chispa con dos fuentes de evaporador de arco pulsado (5, 20), tal como se muestra en la Figura 3. Las impedancias para estas aplicaciones están en intervalos de alrededor de $0,01 \Omega$ a 1Ω . Se debe decir en este momento que normalmente las impedancias de las fuentes, entre las cuales se lleva a cabo la "pulsación doble", son diferentes. Esto se puede deber a que están compuestas de diversos materiales o aleaciones, a que el campo magnético de las fuentes es diferente o a que la erosión de los materiales de las fuentes se encuentra en un estadio diferente. El "modo pulsado doble" permite ahora equilibrar el ajuste de la anchura del impulso de tal manera que ambas fuentes absorban la misma corriente. Como consecuencia, esto conduce a tensiones diferentes en las fuentes. Naturalmente, la alimentación de corriente también se puede cargar asimétricamente si ello parece deseable para llevar a cabo el proceso, lo que es, por ejemplo, el caso para las capas graduadas de diferentes materiales. La estabilidad de la tensión de un sistema de alimentación es tanto más difícil de conseguir cuanto menor sea la impedancia del plasma en cuestión. Por este motivo, la capacidad de conmutación o la capacidad de seguimiento controlado de un sistema de alimentación de energía para diversas impedancias es una ventaja particular si se desea hacer uso del intervalo completo de su potencia, es decir, por ejemplo, el intervalo de 500 V/100 A a 50 V/1000 A o tal como se realiza esto en la solicitud paralela nº CH 518/05.

Las ventajas de tal montaje de cátodo pulsado doble, y en particular uno que comprende dos fuentes de evaporador de arco, se resumen a continuación:

1. Una emisión incrementada de electrones en impulsos de gran pendiente da como resultado una corriente más elevada (también corriente del sustrato) y una ionización incrementada del material evaporado y el gas reactivo;
2. La densidad incrementada de electrones también provoca una descarga más rápida en la superficie del sustrato, es decir que en la generación de capas aislantes unos tiempos de transferencia de carga relativamente cortos en el sustrato (o también simplemente pausas de los impulsos en la tensión polarizada) son suficientes para descargar las capas aislantes que se forman;
3. El funcionamiento bipolar entre las dos fuentes catódicas de evaporador de arco permite prácticamente una relación impulso-pausa del 100% (ciclo de trabajo), mientras que la pulsación de una fuente sola precisa siempre necesariamente una pausa y como resultado la eficacia no es tan elevada;
4. El funcionamiento pulsado doble de dos fuentes catódicas de chispas localizadas en posiciones opuestas entre sí sumerge la zona del sustrato en un plasma denso e incrementa la reactividad en esta área, y también la del gas reactivo. Esto también se demuestra en el incremento de la corriente del sustrato;
5. En procesos reactivos en una atmósfera que contiene oxígeno se pueden conseguir valores de emisión de electrones aún más elevados durante el funcionamiento pulsado, y parece que se puede evitar en general una fusión del área de la chispa, como es el caso de la evaporación clásica de blancos metálicos. Ahora es posible indudablemente trabajar de un modo reactivo oxidico puro sin gases externos o de soporte adicionales.

Para poder conseguir las ventajas de las propiedades del proceso que se han mencionado en las diversas formas de ejecución posibles antes citadas de la invención, la alimentación de corriente pulsada 16, 16' debe cumplir varios criterios. En un montaje pulsado bipolar se debe poder desarrollar el proceso a una frecuencia que esté en el intervalo de 10 Hz a 500 kHz. Debido a las condiciones de ionización, es importante en este caso el mantenimiento de la pendiente de los flancos de los impulsos. Los valores de los flancos crecientes $U2/(t2-t1)$, $U1/(t6-t5)$ y de los flancos decrecientes $U2/(t4-t3)$ y $U1/(t8-t7)$ deberían tener pendientes en el intervalo de 0,02 V/ns a 2 V/ns, y esto como mínimo durante el funcionamiento en vacío, es decir, sin carga, pero preferiblemente también bajo carga. La pendiente de los flancos, naturalmente, tiene un efecto sobre el funcionamiento, dependiendo del nivel correspondiente de la carga y de la impedancia aplicada o de los ajustes correspondientes. Las anchuras de los impulsos para un montaje bipolar son ventajosamente de $\geq 1 \mu\text{s}$ para $t4$ a $t1$ y $t8$ a $t5$, por lo que las pausas $t5$ a $t4$ y $t9$ a $t8$ pueden ser con ventaja sustancialmente de 0, pero, en ciertas circunstancias, éstas también podrían ser $\geq 0 \mu\text{s}$. Si las pausas de los impulsos son > 0 , se describe que esta forma de operación es discontinua y, por ejemplo, por medio de desplazamientos de tiempo variables en las anchuras de las discontinuidades de los impulsos se pueden ajustar la entrada intencionada de energía en un plasma y su estabilización. Es una ventaja particular que la alimentación de corriente pulsada se diseñe de tal manera que sea posible un funcionamiento pulsado hasta 500 A a una tensión de 1000 V, en cuyo caso se debe tener en cuenta o adaptar de manera correspondiente la relación de los impulsos respecto de las pausas (ciclo de trabajo) para la posible potencia diseñada de la alimentación del montaje. Además de la pendiente de los flancos de la tensión pulsada hay que cuidar preferiblemente de que la alimentación de corriente pulsada (16) sea capaz de controlar un incremento de corriente hasta 500 A en al menos 1 μs .

Mediante el uso de la forma de funcionamiento presentada en esta memoria de las fuentes de evaporador de arco con una alimentación de CC y una alimentación de corriente elevada pulsada superpuesta (RPAE, DPAA) es posible depositar compuestos metálicos correspondientes con una calidad elevada sobre una pieza de trabajo 30 desde uno o más blancos metálicos en una atmósfera de gas reactivo. Esto es especialmente adecuado para la producción de capas oxídicas puras, ya que el procedimiento no requiere gases de soporte adicionales, tales como gases nobles, habitualmente argón. La descarga de plasma del evaporador de arco 5, 20 se puede llevar a cabo así, por ejemplo y preferiblemente, en una atmósfera de oxígeno puro a la presión de trabajo deseada, sin que la descarga sea inestable, se vea impedida o proporcione resultados invariables, tal como formación demasiado intensa de salpicaduras o malas propiedades de capa. También es innecesario, como es el caso en los procedimientos de CVD, tener que hacer uso de compuestos de halógenos. Esto posibilita, en primer lugar, la producción económicamente eficaz de capas oxídicas de material duro resistentes al desgaste con una calidad elevada a temperaturas de proceso bajas, preferiblemente por debajo de 500°C , pero que en su forma final, sin embargo, son resistentes a temperaturas elevadas, preferiblemente $>800^\circ\text{C}$, y tienen propiedades químicamente muy duraderas, tal como, por ejemplo, una resistencia elevada a la oxidación. Además, para conseguir un sistema de capas estable, se debe evitar, cuando sea posible, la difusión de oxígeno con la oxidación asociada en el sistema de capas que está situado más profundamente y/o sobre la pieza de trabajo.

Ahora se pueden producir fácilmente capas oxídicas en oxígeno puro como gas reactivo a partir de los metales de transición de los subgrupos IV, V, VI del sistema periódico y Al, Si, Fe, Co, Ni, Y, en cuyo caso se prefieren Al, Cr, Mo, Zr y Fe, Co, Ni, Y. La capa funcional 32, como óxido de uno o más de estos metales, no debe contener gas noble y/o halógeno, tal como Cl, pero como mínimo debe contener menos del 0,1% o mejor menos del 0,05% de gas noble y menos del 0,5% o mejor menos del 0,1% de halógeno, para conseguir la calidad deseada de la capa.

Tales capas funcionales 32 o sistemas de capas múltiples 33 (multicapa) deben tener, en particular como capa de material duro, un grosor en el intervalo de 0,5 a 12 μm , preferiblemente de 1,0 a 5,0 μm . La capa funcional se puede depositar directamente sobre la pieza de trabajo 30, que es una herramienta, una pieza de una máquina o preferiblemente una herramienta de corte, tal como una placa de corte reversible. Entre esta capa y la pieza de trabajo 30 está dispuesta una capa intermedia 31 que forma especialmente una capa de adhesión y que preferiblemente contiene uno de los metales de los subgrupos IVa, Va y VIa del sistema periódico y/o Al o Si, o una mezcla de estos. Se consiguen buenas propiedades adhesivas con compuestos de estos metales con N, C, O, B, o mezclas de los mismos, en cuyo caso se prefiere el compuesto que contiene N. El grosor de la capa intermedia 31 debe estar en el intervalo de 0,05 a 5 μm , preferiblemente 0,1 a 0,5 μm . Es ventajoso que al menos una de las capas funcionales 32 y/o la capa intermedia 31 se formen como una capa de igualación 34, lo que conduce a una mejor transición de las propiedades de cada una de las capas. La igualación puede ser de metálico, vía nítrico, a nitrooxídico y hasta el óxido puro. Por tanto, se forma un área de igualación 34 en la que los materiales de las capas mutuamente adyacentes, o, cuando no hay ninguna capa intermedia, el material de la pieza de trabajo, se mezclan uno con otro.

Se puede depositar una capa adicional o un sistema de capas 35 sobre la capa funcional 32 como una capa de cobertura, si esto fuera necesario. Se puede depositar una capa de cobertura 35 como una capa de reducción de fricción adicional para la mejora adicional del comportamiento tribológico de la pieza de trabajo revestida 30.

Es posible, dependiendo de las necesidades, formar una o más de las capas o sistemas de capas anteriormente mencionados en el área en la que éstos limitan uno con otro, como capas de igualación 34 o bien producir un gradiente de concentración de cualquier clase dentro de las capas individuales. En la presente invención esto es posible simplemente por medio de la entrada controlada de los gases reactivos en la planta de proceso en vacío 1 para el ajuste de los respectivos tipos de gases necesarios y los volúmenes de gases para el proceso reactivo de plasma en arco.

Ahora es posible producir fácilmente con las propiedades deseadas del material duro, como una capa funcional 32, unas capas de óxido de aluminio (Al_2O_3) que incluso presenten una composición sustancialmente estequiométrica. Las capas de material duro especialmente ventajosas que se producen como una capa funcional 32 consisten principalmente en una capa de óxido mixto de aluminio-metal (Me) de la forma $(Al_xMe_{1-x})_yO_z$, en la que Me es preferiblemente uno de los metales Cr, Fe, Ni, Co, Zr, Mo, Y, individualmente o bien en mezclas, ajustable dependiendo de las proporciones deseadas x, y y z de los materiales implicados. Además, se prefiere especialmente el cromo como metal Me en el óxido mixto de metal $(Al_xMe_{1-x})_yO_z$, que así produce la forma $(Al_xCr_{1-x})_yO_z$ o $(AlCr)_yO_z$. Para esto, la proporción 1-x del cromo metálico en la capa es del 5 al 80 %At, preferiblemente 10 al 60 %At (% de átomos).

También es muy adecuado como capa funcional 32 de material duro un nitruro metálico, en particular el nitruro de aluminio-cromo $(AlCr)_yN_z$ o quizás también $(AlTi)_yN_z$.

Como resultado de las posibilidades exactas del control del proceso, ahora también es posible conseguir la estructura alfa y/o gamma especialmente deseable en los óxidos de aluminio y en los óxidos de cromo-aluminio.

Debido a la posibilidad de ajuste simple anteriormente mencionada de las condiciones de las capas con su composición por medio del control de la entrada de los gases reactivos y debido al control del proceso estable, por primera vez es posible producir sistemas de capas múltiples (multicapa) 33 con un número ilimitado de estratos y una composición ilimitada, e incluso con áreas de igualación. Estos diversos estratos se pueden producir a partir de diversos materiales o, lo que a menudo es una ventaja, con capas alternativas de los mismos materiales como una especie de sándwich. Un sistema de capas con pares repetidos de secuencias de capas 33, en el que la composición de los materiales cambia periódicamente, es una ventaja para las capas funcionales de material duro 32. Sobre todo, una construcción de Me_1 a un óxido de Me_2 y/o de un nitruro de Me_1 a un óxido de Me_1 y/o de un nitruro de Me_1 a un óxido de Me_2 proporciona resultados excelentes en cuanto al tiempo de duración y una formación más reducida de grietas en la capa funcional o en este sistema de capas. Se representa un ejemplo de una capa funcional 32 en forma de una capa múltiple 33 en la Figura 4 y, en una sección transversal ampliada, en la Figura 5. La representación es un emparejamiento preferido de materiales de capas alternadas de nitruro de aluminio-cromo $(AlCr)_xN_y$ con óxido de aluminio-cromo $(AlCr)_xO_y$ producidas con el procedimiento según la invención, preferiblemente con una composición estequiométrica de materiales. El paquete de capas contiene en este ejemplo 42 pares de capas con materiales alternados, tal como se mencionó anteriormente. El grosor total de esta capa funcional 32, como capa múltiple 33, es de alrededor de 4,1 μm , por lo que el grosor de un par de capas, es decir, dos estratos, es de 98 nm.

Otros emparejamientos de materiales preferidos adicionales son alternativamente nitruro de aluminio-zirconio $(AlZr)_xN_y$ con óxido de aluminio-zirconio $(AlZr)_xO_y$ producidos mediante el uso del procedimiento según la invención, preferiblemente con una composición estequiométrica de materiales. Para las capas de material duro como capa funcional 32 es una ventaja que el sistema de capas múltiples 33 tenga al menos 20 estratos, preferiblemente hasta 500 estratos. El grosor por estrato debería estar en este caso dentro del intervalo de 0,01 a 0,5 μm , preferiblemente dentro del intervalo de 0,2 a 0,1 μm . En el área de los estratos adyacentes individuales de las capas también se pueden observar las capas de igualación 34 que aseguran un buen comportamiento en las transiciones.

En el ejemplo de la Figura 4 se ha depositado también a modo de ejemplo una capa de cobertura 35 sobre la capa funcional 32, 33 como un medio para reducir la fricción. La capa de cobertura consiste en nitruro de titanio y tiene un grosor de alrededor de 0,83 μm .

Por debajo de la capa funcional se ha dispuesto adicionalmente, a modo de ejemplo, una capa intermedia 31 como una capa adhesiva que tiene un grosor de alrededor de 1,31 μm y que se depositó como una capa intermedia de Al-Cr-N con RPAE sobre la pieza de trabajo 30.

Los revestimientos presentados en este documento, ya constituyan una capa sencilla o un sistema de capas múltiples, deben tener preferiblemente un valor R_z de no menos de 2 μm y/o un valor R_a de no menos de 0,2 μm . Estos valores se miden en cada caso directamente sobre la superficie antes de cualquier posible tratamiento posterior de la superficie, tal como cepillado, irradiación, pulido, etc. Así, los valores representan una rugosidad superficial puramente condicionada por el proceso. Se entiende por R_a la rugosidad media tal como se proporciona en DIN 4768. Este es el valor de la media aritmética de todas las desviaciones del perfil de rugosidad R respecto de la línea media dentro del trayecto de medida total l_m . Se entiende por R_z la profundidad media de la rugosidad tal

como se proporciona en DIN 4768. Esta es la media de las profundidades individuales de la rugosidad de cinco trayectos de medida consecutivos individuales I_e en el perfil de rugosidad. R_z depende solamente de la distancia de los picos más elevados a las depresiones más profundas. Mediante la formación de un valor medio se minimiza la influencia de un pico (o depresión) individual y se calcula la anchura media de la banda en la que está incluido el perfil R.

El revestimiento presentado según la invención es especialmente adecuado para piezas de trabajo que son herramientas de corte, perfilado, moldeo por inyección o estampación, pero muy especialmente para placas de corte reversibles.

A continuación, se muestra el transcurso típico del tratamiento de un sustrato en un proceso reactivo de revestimiento de evaporación de arco pulsado mediante el uso de la presente invención. Además del proceso de revestimiento propiamente dicho, en el que se materializa la invención, se proporcionarán también detalles de las otras etapas del proceso que implican el pretratamiento y postratamiento de las piezas de trabajo. Todas estas etapas admiten amplias variaciones, y algunas se podrían también ignorar, acortar o prolongar en ciertas condiciones, o se podrían combinar de otras maneras.

En una primera etapa se someten normalmente las piezas de trabajo a una limpieza química en húmedo que se lleva a cabo de diferentes maneras según el material y los antecedentes.

Ejemplo 1:

La descripción de un proceso operacional típico para la producción de una capa 32 de Al-Cr-O (y de una multicapa 33 de Al-Cr-N/Al-Cr-O) y una capa intermedia 31 de Al-Cr-N mediante el uso de RPAE (evaporación reactiva de arco pulsado) para el revestimiento de piezas de trabajo 30, tales como herramientas de corte, principalmente placas de corte reversibles.

1. Pretratamiento (limpieza, etc.) de las piezas de trabajo (30) (sustratos), tal como es conocido para el especialista.

2. Colocación de los sustratos en los soportes destinados para este propósito e introducción en el sistema de revestimiento.

3. Bombeo hacia el exterior de la cámara de revestimiento 1 hasta una presión de alrededor de 10^{-4} mbar mediante el uso de un sistema de bombas, tal como es conocido para el especialista (prebombas/bomba de difusión, prebombas/bomba turbomolecular, presión final alcanzable de aprox. 10^{-7} mbar).

4. Comienzo del pretratamiento del sustrato en vacío mediante el uso de una etapa de calentamiento en un plasma de argón-hidrógeno u otra forma conocida de tratamiento con plasma. Este pretratamiento se puede llevar a cabo sin ninguna restricción mediante el uso de los siguientes parámetros:

Plasma de una descarga de arco de baja tensión con una corriente de descarga de aprox. 100 A, hasta 200 A, hasta 400 A, y los sustratos funcionan preferiblemente como un ánodo para esta descarga de arco de baja tensión.

Caudal de argón 50 sccm

Caudal de hidrógeno 300 sccm

Temperatura del sustrato 500°C (parcialmente por medio de calentamiento por plasma, parcialmente por medio de calentamiento radiante)

Tiempo de proceso 45 min

Preferiblemente, durante esta etapa se coloca una alimentación entre los sustratos 30 y la tierra u otro potencial de referencia, con la cual se pueden solicitar los sustratos tanto con CC (preferiblemente positiva) o CC pulsada (unipolar, bipolar) como con MF (media frecuencia) o RF (radiofrecuencia).

5. El ataque químico comienza en la siguiente etapa del proceso. Se usa para este fin el arco de baja tensión entre el filamento y el ánodo auxiliar. Se aplica una alimentación de CC, CC pulsada, MF o RF entre los sustratos y la tierra, y se solicitan los sustratos preferiblemente con una tensión negativa. También se aplica una tensión positiva a los sustratos para las alimentaciones pulsada y de MF, RF. Las alimentaciones 4 se pueden hacer funcionar de una manera unipolar o bipolar. Los parámetros del proceso típicos, pero no exclusivos, durante esta etapa son:

Flujo de argón 60 sccm

Corriente de descarga de arco de baja tensión 150 A

Temperatura del sustrato 500°C (parcialmente por medio de calentamiento por plasma, parcialmente por medio de calentamiento radiante)

Tiempo de proceso 30 min

Para mantener la estabilidad de la descarga de arco de baja tensión en la producción de capas aislantes, las operaciones se llevan a cabo mediante el uso de un ánodo auxiliar 15 conductor caliente o la conexión de una alimentación de corriente elevada pulsada entre el ánodo auxiliar y la tierra.

5
6. Comienzo del revestimiento con la capa intermedia 31 (aprox. 15 min)
Capa intermedia de CrN de 300 nm mediante el uso de evaporación de chispa (corriente de fuente 140 A, Ar 80 sccm, N₂ 1200 sccm, con una polarización de -80 V o de -100 V bajando hasta -60 V o 40 V).
El revestimiento se puede llevar a cabo con y sin un arco de baja tensión.

10
7. Transición a la capa funcional 32 (aprox. 5 min)
En la transición a la capa funcional propiamente dicha, las fuentes de chispa se superponen adicionalmente con impulsos de CC unipolares de una segunda alimentación de corriente conectada en paralelo que se puede hacer funcionar a 50 kHz (Figura 2). Además, se hace funcionar un blanco de Al de la misma manera para producir AlCr en forma de una capa. En el ejemplo se trabajó con un impulso de 10 μs/una pausa de 10 μs, y se generó una corriente de hasta 150 A en los impulsos. Después se produce la entrada del oxígeno de 200 sccm.

20
8. Reajuste del revestimiento de AlCrN
Después de estabilizar el caudal de gas oxígeno se finaliza el revestimiento de AlCrN. Para esto, se reduce el caudal de gas N₂. Esta rampa se lleva a cabo durante aprox. 10 min. Después de esto, se ajusta el caudal de Ar a cero (cuando no se trabaja con un arco de baja tensión).

25
9. Revestimiento con la capa funcional 32
El revestimiento de los sustratos con la capa funcional propiamente dicha se lleva a cabo en un gas reactivo puro (en este caso, oxígeno). Los parámetros más importantes del proceso son:

30
Caudal de oxígeno 400 sccm
Temperatura del sustrato 500 °C
Corriente de la fuente de CC 60 A

Se superpone sobre la corriente de la fuente de CC una corriente CC pulsada (unipolar) de 150 A con una frecuencia de impulsos de 50 kHz y una característica de los impulsos de 10 μs por impulso/10 μs por pausa.

35
La presión del proceso en la cámara de revestimiento es de 9×10^{-3} mbar. La polarización en los sustratos se reduce a -40 V. Dado que se producen capas aislantes mediante el uso de óxido de aluminio, se usa una alimentación polarizada que se hace funcionar como CC pulsada o como MF (50 kHz - 350 kHz).

40
El revestimiento también se puede llevar a cabo simultáneamente con el arco de baja tensión. En este caso, se consigue una reactividad más elevada. Además, el uso simultáneo del arco de baja tensión durante el revestimiento también tiene la ventaja de que se puede reducir la proporción de CC en las fuentes. Esta se puede reducir aún más con una corriente de arco superior.

45
El proceso de revestimiento llevado a cabo de esta manera es estable a lo largo de varias horas. El blanco 5, 5' se cubre con una capa de óxido fina y lisa. No se forman islotes aislantes, aunque la superficie del blanco se altera como resultado del oxígeno, lo que también se manifiesta en el incremento de la tensión de encendido. La superficie del blanco permanece sensiblemente más lisa. La chispa corre más suavemente y se divide en varias chispas más pequeñas. El número de salpicaduras se reduce significativamente.

50
El proceso descrito es una versión básica preferida, ya que mantiene bajos los requisitos impuestos a la alimentación de corriente pulsada. La alimentación de CC proporciona la corriente mínima o de retención para la chispa, y la alimentación de corriente elevada pulsada 16, 16' se usa para evitar las salpicaduras y para asegurar el proceso.

55
Una posibilidad de producir sistemas multicapa 33, es decir, capas múltiples 33, para el ejemplo de capas anterior consiste ahora en que se reduce o se desconecta completamente el caudal de oxígeno durante la deposición de las capas, mientras que se conecta el caudal de nitrógeno. Esto se puede llevar a cabo de manera tanto periódica como aperiódica, con capas de concentración de oxígeno-nitrógeno exclusiva o mixta. Se producen de esta manera las multicapas 33, tal como estas aparecen representadas a modo de ejemplo en sección transversal en la Figura 4 y, en forma ampliada, en la Figura 5. En muchos casos, esta capa funcional 32 cierra el revestimiento hacia fuera, sin la necesidad de una capa adicional sobre la misma.

Las características de desgaste por el uso se pueden "rematar" con una o más capas de cobertura 35, dependiendo de la aplicación y la demanda. El ejemplo de las multicapas de AlCrN/AlCrO ya descritas anteriormente con una

capa superior de TiN también se muestra en la Figura 4. La al menos una capa de cobertura 35, en este caso, puede ser, por ejemplo, una capa de reducción de la fricción, por lo que entonces la capa de material duro 32 y la capa funcional o la capa múltiple funcionan como capa de apoyo para la capa 35 de reducción de la fricción.

- 5 Si se desea producir capas funcionales 33 del tipo de multicapas o capas intermedias del tipo de multicapas con grosores de capa conteniendo óxido especialmente finos, esto se puede llevar a cabo también en una variante preferida del proceso en la que el funcionamiento de los blancos que forman el óxido tiene lugar bajo un caudal de oxígeno durante justamente el tiempo necesario hasta que el blanco exhibe los primeros indicios de intoxicación (un incremento de la tensión, normalmente después de unos cuantos minutos), y el caudal se vuelve a cambiar entonces en cada caso a, por ejemplo, nitrógeno. Esta variante del proceso es especialmente simple y se puede llevar a cabo mediante el uso del estado de la técnica existente (Figura 1), es decir, sin funcionamiento pulsado en el blanco. Sin embargo, esto no permite después un ajuste libre de los grosores de las capas a los respectivos requisitos.

15 La ejecución del ejemplo anteriormente mencionado con un funcionamiento pulsado doble con dos o más fuentes de evaporador de arco proporciona ventajas adicionales en cuanto al control del proceso y la eficacia económica.

Ejemplo 2:

20 Revestimiento de piezas de trabajo 30, tales como herramientas de corte, preferiblemente placas de corte reversibles, con un sistema de capas 32 de material duro de Al-Cr-O y una capa intermedia 31 de Cr-N mediante el uso de DPAE (evaporador de arco pulsado doble)

Etapas 1 a 5 inclusive análogas a las del Ejemplo 1.

25 6. Comienzo del revestimiento con la capa intermedia (aprox. 15 min)
Capa intermedia de AlCrN de 300 nm mediante el uso de evaporación de chispa (material del blanco AlCr (50%, 50%), corriente de fuente 180 A, N₂ 800 sccm, con una polarización bipolar de -180 V (36 μs negativa, 4 μs positiva).

30 El revestimiento puede tener lugar con y sin un arco de baja tensión.
Hasta este punto, el procedimiento sigue al estado de la técnica, tal como se reproduce a modo de ejemplo en la Figura 1.

35 7. Transición a la capa funcional 32 (aprox. 5 min)
En la transición a la capa funcional 32 propiamente dicha se disminuye el nitrógeno desde 800 sccm hasta aprox. 600 sccm y a continuación se conecta un caudal de oxígeno de 400 sccm. Después se desconecta el caudal de nitrógeno.

40 8. Revestimiento con la capa funcional 32
La alimentación de corriente elevada pulsada bipolar 16, tal como se muestra en la Figura 3, se pone ahora en funcionamiento entre los dos cátodos de evaporador de arco 5, 20. En el proceso descrito se trabajó con un valor medio temporal positivo o negativo para la corriente de aprox. 50 A. La duración del impulso es de 10 μs para cada uno de los intervalos de tensión positiva y negativa, cada uno con una pausa de 10 μs en el medio a una tensión de 160 V. El valor máximo para la corriente proporcionada por la alimentación de corriente pulsada bipolar 16 depende de la forma respectiva del impulso. La diferencia de la corriente CC a través del respectivo cátodo de evaporador de arco 5, 20 y el valor máximo de la corriente pulsada bipolar no puede estar por debajo de la denominada corriente de retención del cátodo de evaporador de arco 5, 20, ya que de otra manera el arco (chispa) se apagaría.

50 Durante los primeros 10 minutos de la operación de revestimiento se modifica en rampa la polarización de -180 V a -60 V. Las velocidades de revestimiento típicas para las piezas de trabajo 30 de doble rotación están en el intervalo de 3 μm/h a 6 μm/h.

55 Por tanto, el revestimiento de las piezas de trabajo 30 con la capa funcional 32 propiamente dicha tiene lugar en un gas reactivo puro (en este caso de ejemplo oxígeno). Los parámetros de proceso más importantes se resumen una vez más a continuación:

Caudal de oxígeno 400 sccm
Temperatura de la pieza de trabajo 500°C
Corriente de la fuente de CC 180 A, tanto para la fuente de Al como para la fuente de Cr.

60 La corriente CC pulsada bipolar entre los dos cátodos tiene una frecuencia de 25 kHz.
Presión de proceso aprox. 9×10^{-3} mbar

Tal como ya se mencionó, el revestimiento también puede tener lugar simultáneamente con el funcionamiento del arco de baja tensión. En este caso, se consigue un incremento adicional de la reactividad, sobre todo cerca de la

pieza de trabajo. Además, el uso simultáneo del arco de baja tensión durante el revestimiento también tiene la ventaja de que se puede reducir la proporción de CC en las fuentes. Esta se puede reducir adicionalmente mediante el uso de una corriente de arco más elevada.

- 5 El proceso de revestimiento llevado a cabo de esta manera es estable, incluso a lo largo de un periodo de varias horas. Los blancos 5', 20' de los evaporadores de arco 5, 20 se cubren con una capa de óxido fina y lisa. Esto es deseable y también es una condición previa para un proceso generalmente estable y exento de salpicaduras. El recubrimiento se manifiesta por medio de un incremento de la tensión en el blanco.
- 10 Se revistieron piezas de trabajo con diversos revestimientos y se sometieron a una prueba de comparación práctica en las mismas condiciones.

Condiciones de ensayo para las pruebas rotatorias:

- 15 Como medida para estas pruebas se usaron capas de TiAlN conocidas y capas de óxido de aluminio alfa conocidas depositadas mediante el uso de CVD. Para todas las capas de prueba se investigó un grosor de capa de 4 μm . Se usó acero inoxidable (1.1192) como material de prueba. Se seleccionaron en cada caso 1, 2 y 4 min como ciclo rotatorio. La velocidad de corte fue de 350 m/min, con un avance de 0,3 mm/rev y una profundidad de encaje de 2 mm. Las condiciones se eligieron de tal manera que se pudieron conseguir tiempos de prueba cortos a temperaturas elevadas en el filo cortante de la pieza de trabajo.
- 20

Se investigaron el desgaste en la cara libre y en la cara de corte y la rugosidad superficial del acero mecanizado, y se calculó el periodo de tiempo hasta que se alcanzó cierto incremento de rugosidad. Este tiempo de duración se estableció como la medida cuantitativa para el desgaste.

- 25 Resultados:

a) Capa CVD de óxido de aluminio alfa (estado de la técnica), grosor de la capa $d = 4 \mu\text{m}$.

- 30 La herramienta resistió la prueba de 4 minutos. Sin embargo, en el SEM, después de la prueba, ya no había material de la capa sobre la cara de corte.

b) Capa de TiAlN (estado de la técnica), $d = 4 \mu\text{m}$.

- 35 Esta capa mostró ya signos iniciales de deterioro después de menos de 2 minutos y produjo una superficie rugosa en la pieza de trabajo.

Invencción:

- 40 c) Capa intermedia de AlCrN, $d = 0,4 \mu\text{m}$
 Multicapa de AlCrN/AlCrO, $d = 3,6 \mu\text{m}$
 Capa superior de TiN, $d = 0,8 \mu\text{m}$
 Tiempo de duración 4 min

- 45 d) Capa intermedia de AlCrN, $d = 0,4 \mu\text{m}$
 Multicapa de AlCrN/AlCrO, $d = 3,6 \mu\text{m}$
 3 min 40 s

- 50 e) Capa intermedia de AlCrN, $d = 0,3 \mu\text{m}$
 Capa individual de AlCrO, $d = 2,9 \mu\text{m}$
 Capa superior de TiN, $d = 0,9 \mu\text{m}$
 4 min

- 55 f) Capa intermedia de AlCrN, $d = 0,35 \mu\text{m}$
 Capa individual de AlCrO, $d = 3,5 \mu\text{m}$
 3 min 20 s

- g) Capa intermedia de ZrN, $d = 0,3 \mu\text{m}$
 Multicapa de ZrN/AlCrO, $d = 3,8 \mu\text{m}$
 Capa superior de ZrN, $d = 0,5 \mu\text{m}$
 3 min 10 s

- 60 h) Capa intermedia de ZrN, $d = 0,2 \mu\text{m}$
 Multicapa de ZrO/AlCrO, $d = 6,4 \mu\text{m}$
 Capa superior de ZrN, $d = 0,8 \mu\text{m}$
 4 min

- 5
- i) Capa intermedia de AlCrN, $d = 0,5 \mu\text{m}$
 Multicapa de AlCrO/aluminio alfa, $d = 8,2 \mu\text{m}$
 4 min
 - k) Capa intermedia de (Ti,AlCrN), $d = 0,4 \mu\text{m}$
 Multicapa de AlCrO/TiAlCrN, $d = 4,5 \mu\text{m}$
 3 min 50 s
- 10 Las capas de los materiales indicados, o la multicapa conteniendo capas oxídicas de dichos materiales, muestran un desgaste significativamente menor a velocidades de corte elevadas. Las capas conductoras (TiAlN), según el estado de la técnica, son significativamente inferiores en cuanto al desgaste en comparación con los sistemas de óxido de la invención a velocidades de corte elevadas. Los sistemas según la presente invención hechos de
- 15 $(\text{AlCr})_y\text{O}_z$ y $(\text{AlZr})_y\text{O}_z$ muestran un desgaste bajo similar al de las capas CVD conocidas de óxido de α -aluminio, pero sin la desventaja de una alta sollicitación de la temperatura o una sollicitación debida a productos químicos agresivos de la pieza de trabajo durante el proceso de revestimiento. Además, el control del proceso se puede simplificar en gran medida por medio de, por ejemplo, la conmutación de los gases o por la variación controlada de las proporciones de los gases (p.ej. de O_2 a N_2) y/o la conmutación de un blanco al otro o la variación controlada de las proporciones de la alimentación del blanco, mientras que en los procesos CVD se necesitan lavados intermedios y
- 20 adaptaciones del nivel de la temperatura para capas individuales en un sistema de capas del tipo de multiestratos.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Capa de material duro como capa funcional (32) de PVD en arco con conglomerados no completamente reaccionados que forman partes metálicas en la capa, depositada sobre una pieza de trabajo (30), comprendiendo la capa funcional una capa que está formada como un óxido eléctricamente aislante, a partir de al menos uno de los metales (Me) de los metales de transición de los subgrupos IV, V, VI del sistema periódico y Al, Si, Fe, Co, Ni, Y, presentando la capa funcional (32) un contenido de gas noble de menos del 2%, **caracterizada por que** la capa funcional (32) está configurada como un sistema de capas múltiples (33), y entre la capa funcional (32) y la pieza de trabajo (30) está dispuesta otra capa que forma una capa intermedia (31) y ésta forma especialmente una capa de adhesión y ésta contiene preferiblemente uno de los metales de los subgrupos IV, V y VI del sistema periódico y/o Al, Si, Fe, Co, Ni, Y o una mezcla de éstos.
- 10 2. Capa de material duro según la reivindicación 1, **caracterizada por que** la capa funcional (32) presenta un contenido de un halógeno de menos del 2% y preferiblemente el contenido de gas noble y halógeno juntos es inferior al 2%.
- 15 3. Capa de material duro según cualquiera de las reivindicaciones 1 o 2, **caracterizada por que** el sistema de capas múltiples (32) presenta al menos 20 estratos, preferiblemente hasta 500 estratos.
- 20 4. Capa de material duro según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizada por que** el espesor por estrato está en el intervalo de 0,01 a 0,5 μm , preferiblemente en el intervalo de 0,02 a 0,1 μm .
- 25 5. Capa de material duro según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizada por que** en la zona de los distintos estratos adyacentes de las capas están materializadas áreas de igualación, con lo que las transiciones presentan buenas propiedades.
- 30 6. Procedimiento de revestimiento de una pieza de trabajo (3) en una planta de proceso en vacío (1) con una capa de material duro (32) que se deposita como capa funcional que se configura como un óxido eléctricamente aislante, a partir de al menos uno de los metales (Me) de los metales de transición de los subgrupos IV, V, VI del sistema periódico y Al, Si, Fe, Co, Ni, Y, depositándose la capa con una primera fuente de evaporador de arco (5) dotada de un primer blanco (5') que se hace funcionar con una alimentación eléctrica de CC (13) a la que se superpone una alimentación de corriente pulsada (16, 16'), conteniendo el primer blanco (5') de la fuente de evaporador de arco (5) al menos uno de los metales y realizándose el proceso de evaporación de arco con un gas reactivo dotado de una proporción de gas noble tan pequeña que la capa funcional (32) presenta un contenido de gas noble de menos del 2%, **caracterizado por que** el procedimiento se utiliza enteramente sin separación espacial entre el cátodo del evaporador de arco o el ánodo de la descarga en arco y la zona del sustrato en donde se introduce el gas reactivo, y especialmente sin ningún filtro entre el cátodo del evaporador de arco y el sustrato para filtrar salpicaduras (gotitas).
- 35 7. Procedimiento según la reivindicación 6, **caracterizado por que** el proceso de evaporación de arco se realiza con compuestos halogenados de menos del 2%, preferiblemente con una proporción de gas noble y halógeno juntos de menos del 2%.
- 40 8. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 6 o 7, **caracterizado por que** se utiliza una segunda fuente de evaporador de arco (20) con un segundo blanco (20'), estando unidos el primer blanco (5') y el segundo blanco (20') con una alimentación de corriente pulsada individual (16).
- 45 9. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 6 a 8 anteriores, **caracterizado por que** la planta de proceso en vacío (1) se equipa con una fuente de plasma adicional para generar un arco de baja tensión con cátodo caliente.
- 50 10. Planta de tratamiento en vacío para depositar un óxido eléctricamente aislante con una primera fuente de evaporador de arco (5) dotada de un primer blanco (5'), conteniendo el primer blanco (5') al menos uno de los metales (Me) de los metales de transición de los subgrupos IV, V, VI del sistema periódico y Al, Si, Fe, Co, Ni, Y, y comprendiendo la planta de tratamiento en vacío una alimentación eléctrica de CC (13) y una alimentación de corriente pulsada (16, 16') de tal manera que, durante el funcionamiento, se puedan superponer impulsos a la corriente CC, **caracterizada por que** la planta de proceso en vacío está equipada con una fuente de plasma adicional (9) para generar un arco de baja tensión con cátodo caliente y la planta comprende una segunda fuente de evaporador de arco (20) con un segundo blanco (20'), estando unidos el primer blanco (5') y el segundo blanco (20') con una alimentación de corriente pulsada individual (16).
- 55 11. Planta de tratamiento en vacío según la reivindicación 10, **caracterizada por que** el cátodo caliente está configurado como un filamento que está dispuesto en una cámara de ionización en la que está prevista una entrada de gas (8), a través de la cual se puede introducir un gas de trabajo para generar una descarga en arco de baja tensión que se extiende dentro de la cámara principal de la planta de proceso en vacío (1).
- 60 65

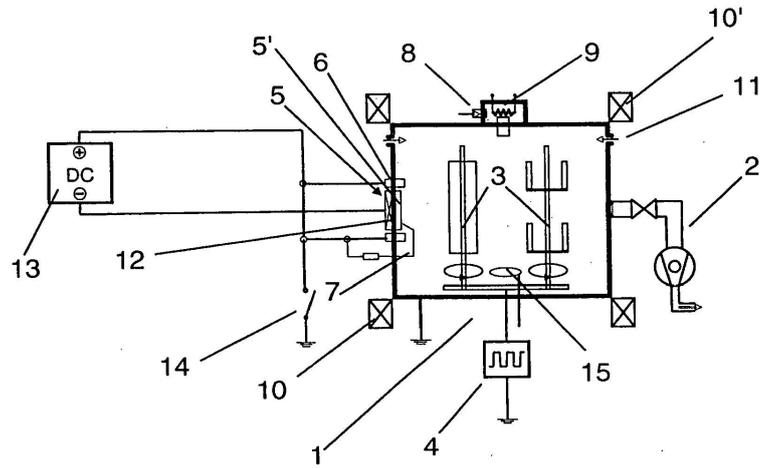


Fig.1

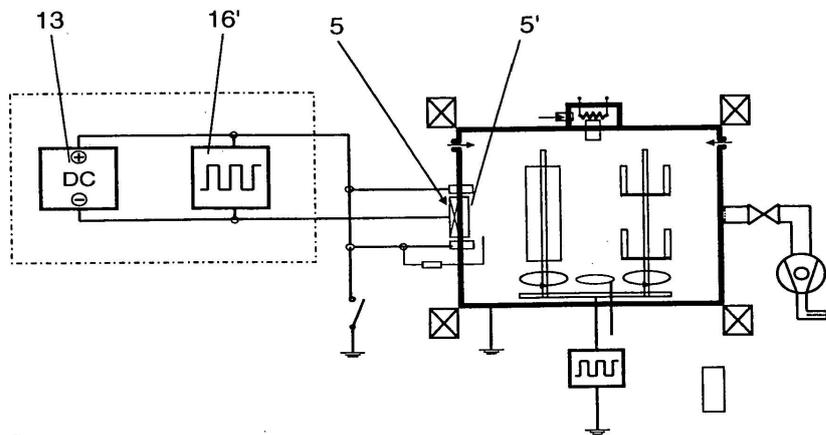


Fig.2

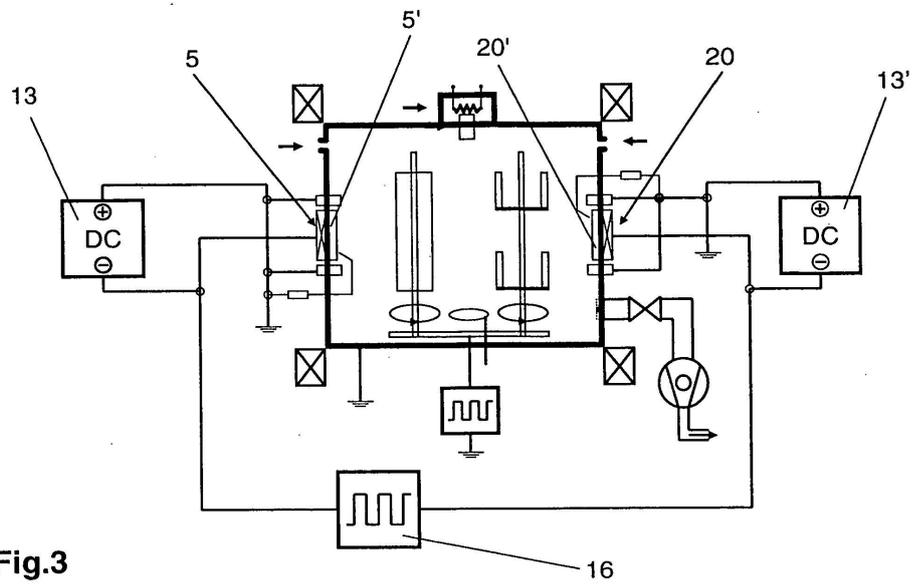


Fig.3

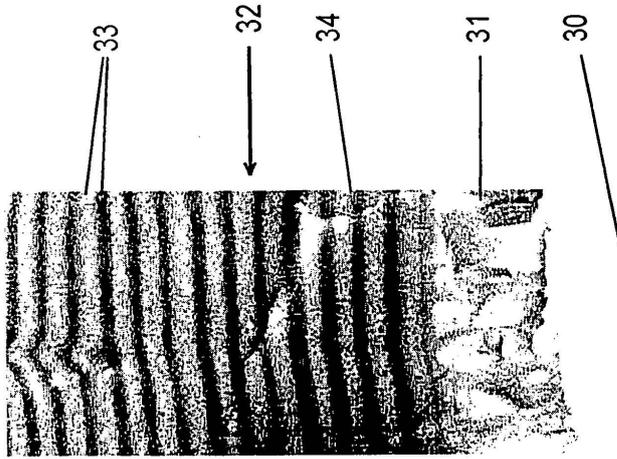


Fig.5

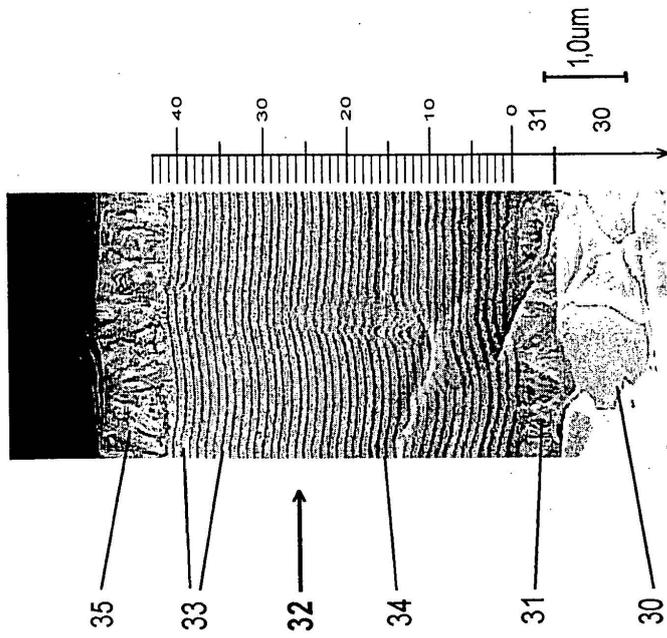


Fig.4