

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 650 379**

51 Int. Cl.:

C23C 16/00 (2006.01)

C23C 16/02 (2006.01)

C23C 16/26 (2006.01)

C23C 16/50 (2006.01)

C23C 16/455 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **10.02.2014 PCT/EP2014/000425**

87 Fecha y número de publicación internacional: **28.08.2014 WO14127902**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **10.02.2014 E 14705283 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.09.2017 EP 2959033**

54 Título: **Recubrimiento DCL con una capa de entrada**

30 Prioridad:

21.02.2013 DE 102013002911

25.04.2013 DE 102013007146

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

18.01.2018

73 Titular/es:

OERLIKON SURFACE SOLUTIONS AG,

PFÄFFIKON (100.0%)

Churerstrasse 120

8808 Pfäffikon, CH

72 Inventor/es:

GUIMOND, SEBASTIEN;

WURZER, MANFRED y

WIDOWITZ, FRANZ

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 650 379 T3

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

DESCRIPCIÓN

Recubrimiento DCL con una capa de entrada

5 La presente invención se refiere a un método para la fabricación de una capa protectora contra el desgaste con capa de entrada gruesa.

Estado de la técnica

10 En componentes con superficies deslizantes existe la enorme necesidad de superficies duras que presenten, sin embargo, como capa más externa, una capa de entrada, de modo que el cuerpo deslizante complementario sea inicialmente capaz de desgastar la capa de entrada al menos parcialmente y lograr así una adaptación su propia geometría. Como capas deslizantes se conoce utilizar capas DLC y revestir estas con una capa más blanda, de modo que esta capa más blanda actúe como capa de entrada. A este respecto resulta desventajoso, no obstante, que tenga que pasarse a un material de capa distinto. Esto impone elevados requisitos a la instalación e recubrimiento y al procedimiento de recubrimiento que debe llevarse a cabo. El documento US 5 900 289 muestra un sistema de capas DLC, mostrando la capa superior un gradiente con contenido en silicio.

20 Struber et al., en "Graded layer design for stress-reduced and strongly adherent superhard amorphous carbon films", surface and coatings technology, 116-119 (1999) 591-598 describe un sistema de capas DLC, mostrando la capa superior un gradiente de dureza y siendo la capa inferior de plástico amorfo. Por tanto, el objetivo de la presente invención es exponer un recubrimiento de superficie duro con capa de entrada blanda, siendo los materiales de capa del recubrimiento duro y de la capa de entrada blanda esencialmente iguales, por lo que respecta a los elementos químicos y su concentración.

25 Esto se consigue implementando sobre una capa DLC una capa en gradiente con densidad decreciente y por lo tanto con dureza decreciente, tal como se describe en la reivindicación 1. Con un grosor suficiente se crea de este modo una capa de entrada eficaz.

30 A este respecto está claro que, debido a la menor densidad decreciente de la capa en gradiente, esto conduce a una reducción de la dureza total de la capa. En una forma de realización preferida, el gradiente se implementa de modo que la dureza total de la capa no sea inferior a 15 GPa.

35 De acuerdo con otra forma de realización preferida de la presente invención, la capa DLC tiene una dureza no inferior a 1500 HV o 15 GPa, preferiblemente no inferior a 18 GPa y más preferiblemente no inferior a 20 GPa.

De acuerdo con otra forma de realización preferida de la presente invención, dentro del grosor de capa en gradiente no hay ninguna zona que presente una dureza inferior a 600 HV o 6 GPa, preferiblemente no inferior a 8 GPa.

40 De acuerdo con otra forma de realización de la presente invención, el grosor de la capa DLC no es inferior a 0,5 µm.

De acuerdo con otra forma de realización de la presente invención, el grosor de la capa en gradiente no asciende a menos de 300 nm.

45 Un recubrimiento de acuerdo con de la presente invención se fabrica por medio de procesos CVD basados en plasma, tal como se describe en la reivindicación 3. El recubrimiento conforme a la presente invención tiene, entre otras, las siguientes ventajas:

50 La capa DLC se mantiene suficientemente dura como para garantizar una resistencia al desgaste.

Sobre sustratos con rugosidad elevada puede producirse incluso un aumento de la resistencia al desgaste de la capa en gradiente, ya que las zonas entre los picos de sustrato están protegidas.

55 La fabricación de la capa en gradiente puede basarse en el proceso convencional para la fabricación de la capa DLC. No se requiere ningún equipamiento adicional o ni gases adicionales.

La invención se explica ahora en detalle y a modo de ejemplo con ayuda de una descripción de proceso:

60 La figura 1 muestra la concentración de hidrógeno para diferentes muestras de DLC en comparación con una referencia.

La figura 2 muestra la comparación de una muestra de DLC con y sin gradiente con respecto al desgaste.

65 Los sustratos se fabricaron en una cámara de vacío por medio de un método CVD protegido por plasma, usándose una combinación de acetileno y argón como gas de proceso. El gas de proceso se ionizó en la cámara por medio de

un plasma, que se generó a través de una descarga de arco de baja tensión. Adicionalmente se aplicó al sustrato, durante el proceso de recubrimiento, una polarización de sustrato.

5 Para el recubrimiento de la capa DLC se mantuvo la polarización de sustrato a un valor constante de 900 V. El recubrimiento DLC duró 80 minutos. Para el recubrimiento de la capa en gradiente se redujo la polarización de sustrato de forma continua de 900 V hasta 50 V. Una vez transcurridos 40 minutos se alcanzó una polarización de sustrato de 50 V. Aparte de la polarización de sustrato, los demás parámetros de recubrimiento se mantuvieron constantes durante todo el recubrimiento. Se aumenta, sin embargo, la corriente de descarga de arco de baja tensión de forma continua para contrarrestar la disminución de la corriente de sustrato asociada a la reducción de la polarización de sustrato. Mediante esta reducción continua de la polarización de sustrato se obtuvo una reducción continua de la densidad de capa, que tuvo a su vez como consecuencia una reducción de la dureza de capa.

10 Como resultado, la capa en gradiente tuvo un grosor de 0,7 μm . La dureza medida para el sistema global (capa DLC y capa en gradiente) en un Fischerscope con 10 mN de carga ascendió a 18 GPa. El sistema de capas mostró una excelente resistencia al desgaste.

15 Se determinó un perfil de profundidad de la concentración de átomos de hidrógeno ([H]) con 2 MeV He ERDA (*Elastic Recoil Detection Analysis*) para 2 muestras de DLC: una con y otra sin gradiente. Para el cálculo de los datos se midió un patrón con 9,5 % atómico de H (mica) como referencia y se determinó la pérdida de energía (poder de frenado) de las partículas alfa en las capas DLC y en el patrón con el programa SRIM (www.srim.org). El recubrimiento de la capa DLC sin gradiente se realizó con una polarización de sustrato constante de 900 V y duró 80 minutos (grosor de capa $\sim 1 \mu\text{m}$). Para el recubrimiento de la capa DLC con gradiente se redujo la polarización de sustrato de forma continua de 900 V a 50 V. Esta etapa duró 80 minutos y dio como resultado un grosor de capa en gradiente de 1,5 μm . Los resultados se muestran en la figura 1. Este método permite medir hasta una profundidad de aproximadamente 350 nm. La superficie discurre en el perfil hacia la derecha (0) y la escala de profundidad hacia la izquierda. Los resultados muestran que la concentración de átomos de hidrógeno aumenta hacia la superficie en gradiente. En la muestra DLC sin gradiente, la concentración de átomos de hidrógeno se mantiene en cambio constante.

20 30 La fricción del DLC con capa en gradiente se examinó con el ensayo *pin on disk* (tribómetro Pin-on-disk, CSM Instruments) y se comparó con DLC (sin capa en gradiente). El sustrato fue el mismo para ambos exámenes (disco de acero pulido). El ensayo se llevó a cabo en aire a una temperatura de 22 °C y una humedad relativa del 43 %.

35 Las muestras se frotaron contra una bola de acero 100Cr6 con 3 mm de diámetro. La bola de acero sirvió como pieza de fricción complementaria estática y la muestra recubierta se hizo girar bajo la misma (radio 6 mm, velocidad 30 cm/s). Se aplicó una carga de 30 N a la bola. Los coeficientes de fricción representativos para los primeros 50 metros y hasta después de 6000 metros se muestran en las figuras 1 y 2 para ambos recubrimientos. Puede constatarse que el coeficiente de fricción para DLC con capa en gradiente es notablemente menor que para DLC solo, en particular en la fase inicial. El examen de las superficies frotadas tras el ensayo muestra también un desgaste de capa y cuerpo complementario por lo general notablemente menor para DLC con capa en gradiente que para DLC solo (ancho de la marca de abrasión sobre el recubrimiento de 260 mm frente a 450 mm, diámetro de la superficie desgastada en la bola de 300 mm frente a 600 mm).

40 45 También con los primeros ensayos en campo en la aplicación concreta pudo comprobarse el mejor comportamiento de entrada del DLC con capa en gradiente.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Capa de materia dura sobre un componente, comprendiendo la capa de materia dura una capa DLC con una dureza de al menos 10 GPa, caracterizada por que sobre la capa de carbono como diamante está prevista una capa en gradiente DLC con un grosor de al menos 300 nm, estando implementada la capa en gradiente DLC con una densidad decreciente y por tanto con una dureza decreciente, y no diferenciándose la capa en gradiente DLC de la capa DLC con respecto a los elementos químicos que comprenden.
- 10 2. Capa de materia dura según la reivindicación 1, caracterizada por que la composición química de la capa en gradiente se diferencia de la composición química de la capa DLC esencialmente solo en el contenido en hidrógeno.
3. Procedimiento para la fabricación de una superficie resistente al desgaste, que comprende las etapas:
- 15 - cargar una cámara de recubrimiento con sustratos que van a recubrirse
- poner la cámara de recubrimiento a vacío y dejar entrar gas de proceso que comprende acetileno y argón
- crear un plasma preferiblemente por medio de descarga de arco de baja tensión
- aplicar una polarización de sustrato a los sustratos que van a recubrirse
- 20 caracterizado por que para depositar una capa DLC en primer lugar se aplica una polarización de sustrato de alta magnitud y para el posterior recubrimiento de una capa en gradiente DLC se reduce la polarización de sustrato, preferiblemente de forma continua y/o con un gran número de pequeños pasos de reducción, manteniéndose constantes, además de la polarización de sustrato, los demás parámetros de recubrimiento durante todo el recubrimiento, de modo que la capa en gradiente DLC no se diferencia de la capa DLC con respecto a los elementos químicos que comprenden, y produciéndose mediante esta reducción de la polarización de sustrato una reducción
- 25 de la densidad de capa que tiene como consecuencia, a su vez, una reducción de la dureza de capa de la capa en gradiente DLC.
- 30 4. Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado por que, simultáneamente a la reducción de la polarización de sustrato, se aumenta la corriente de descarga de arco de baja tensión de forma constante para contrarrestar la disminución de la densidad de plasma asociada con la reducción de la polarización de sustrato.

Figura 1

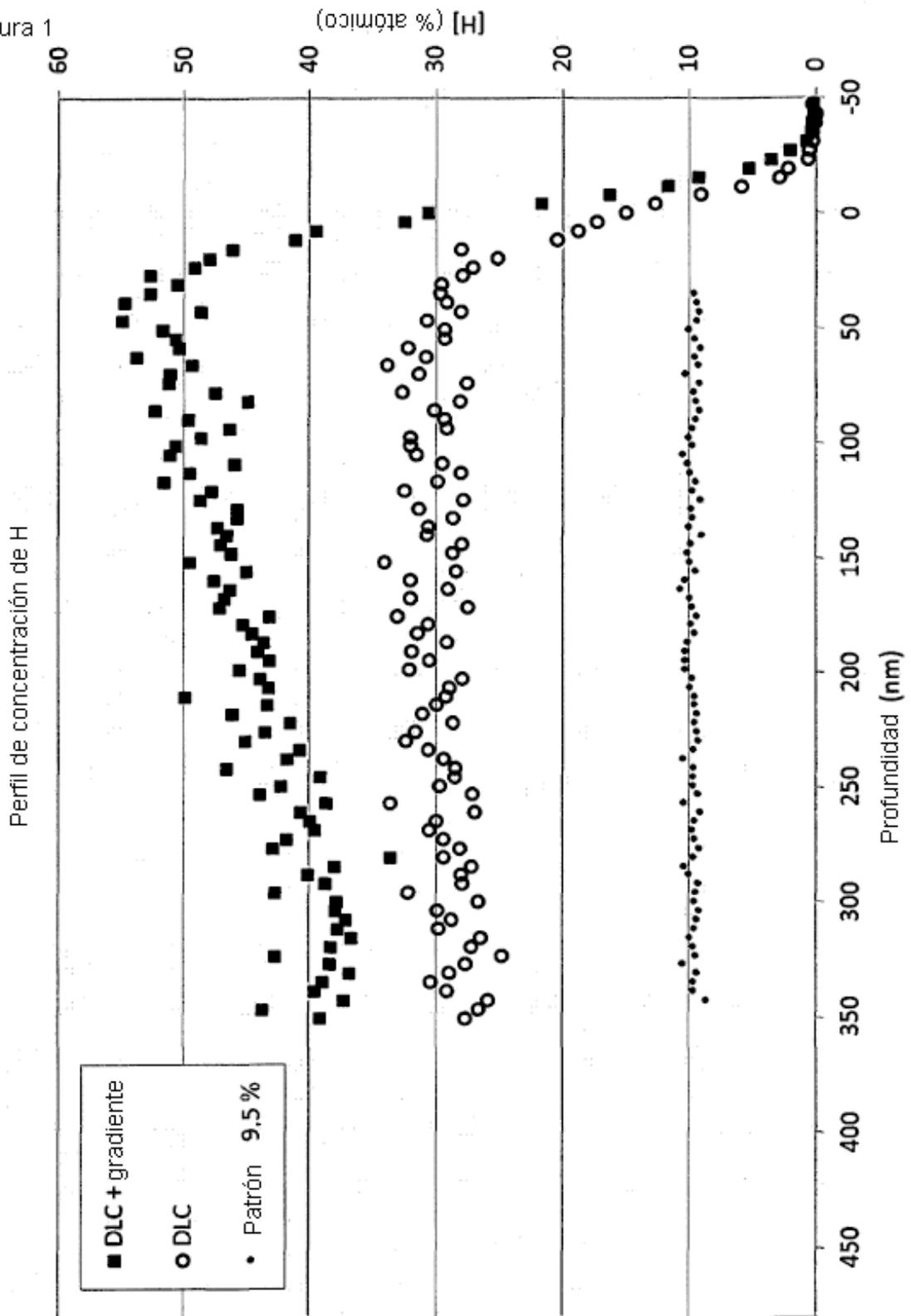


Figura 2

