

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 606 814** ⁽¹³⁾ **C2**

(51) МПК

[C23C 14/35 \(2006.01\)](#)

[B82Y 15/00 \(2011.01\)](#)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ**

(21)(22) Заявка: [2014108807](#), 06.03.2014

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
06.03.2014

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 06.03.2014

(43) Дата публикации заявки: 20.09.2015 Бюл.
№ [26](#)

(45) Опубликовано: [10.01.2017](#) Бюл. № [1](#)

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: GB2495793 A, 24.04.2013. RU2423550
C1, 10.07.2011. RU 2120494 C1, 20.10.1998.
BY 16316 C1, 30.08.2012.

Адрес для переписки:

394026, г.Воронеж, Московский просп., 14,
ГОУВПО "ВГТУ", патентный отдел

(72) Автор(ы):

Стогней Олег Владимирович (RU),
Валюхов Сергей Георгиевич (RU),
Бурыкин Валерий Евгеньевич (RU),
Филатов Максим Сергеевич (RU),
Черниченко Владимир Викторович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего
профессионального образования
"Воронежский государственный
технический университет" (RU)

(54) Теплозащитное нанокompозитное покрытие и способ его формирования

(57) Реферат:

Изобретение относится к напылению теплозащитных покрытий и может быть использовано в авиастроении и других областях машиностроения при производстве деталей турбинных двигателей и установок. Теплозащитное нанокompозитное покрытие, содержащее оксид циркония, нанесенное на поверхность изделия из никелевого сплава с использованием магнетронной системы, содержит первичный сплошной слой, градиентный переходный слой и пленку из оксида циркония. Первичный сплошной слой состоит из никелевого сплава, соответствующего составу упомянутого изделия, с цирконием и с добавками стабилизирующего элемента. Градиентный переходный слой содержит две фазы в виде диэлектрической фазы из оксида циркония и металлической фазы из никелевого сплава, соответствующего составу упомянутой поверхности изделия, и циркония с добавкой стабилизирующего элемента, при этом доля оксидной фазы в переходном слое возрастает по мере увеличения его толщины. Способ формирования упомянутого теплозащитного нанокompозитного покрытия на поверхности изделия из никелевого сплава

характеризуется тем, что осуществляют формирование на поверхности изделия первичного сплошного слоя из никелевого сплава, соответствующего составу упомянутого изделия, с цирконием и с добавкой стабилизирующего элемента, градиентного переходного слоя и напыление пленки из оксида циркония до достижения ею требуемой толщины покрытия. Формирование упомянутого первичного слоя и градиентного переходного слоя осуществляют с использованием магнетронной системы с двумя магнетронами. С помощью первого магнетрона распыляют мишень из упомянутого никелевого сплава, а с помощью второго магнетрона распыляют вторую мишень из циркония с добавкой стабилизирующего элемента. Упомянутый первичный слой формируют путем совместного распыления указанных мишеней в атмосфере аргона с интенсивностью атомного потока, сформированного от упомянутой первой мишени, превышающей интенсивность атомного потока от упомянутой второй мишени. Затем осуществляют формирование упомянутого градиентного переходного слоя путем распыления упомянутых мишеней в присутствии кислорода с образованием в переходном слое оксида циркония и неокисленного никелевого сплава. Парциальное давление кислорода при распылении плавно увеличивают до давления $1,5 \cdot 10^{-3}$ Па, а мощность первого магнетрона, распыляющего первую мишень из упомянутого никелевого сплава, уменьшают вплоть до его полного отключения. В частном случае осуществления изобретения в качестве стабилизирующего элемента используют иттрий. Обеспечивается механическая прочность покрытия, повышение его жаропрочности и жаростойкости, а также высокое значение адгезии и когезии. 2 н. и 1 з.п. ф-лы.

Изобретение относится к области материаловедения, в частности к способам напыления теплозащитных покрытий, и может найти применение в авиастроении и других областях машиностроения при производстве деталей турбинных двигателей и установок, которые требуют формирования на рабочих поверхностях покрытий, имеющих достаточно высокое значение адгезии и когезии.

В настоящее время при создании покрытия с заданными свойствами методом послойного напыления образуются межфазные макроскопические границы в плоскостях, параллельных обрабатываемой поверхности, и при циклических термонагрузках разница в значениях коэффициентов термического расширения может привести к расслоению покрытия и его разрушению.

Известен способ напыления теплозащитного покрытия с использованием оксида циркония, стабилизированного Y_2O_3 , включающий послойное нанесение покрытия на изделие и покрытие, полученное этим способом (Патент US 6180184, C23C 4/10, 30.01.2001 - прототип).

Термобарьерное покрытие согласно этому способу получают из жаропрочных сплавов, стабилизированных иттрием, оксида циркония, которое послойно наносят с помощью вакуумного электронно-лучевого напыления. При этом получают покрытие, имеющее столбчатую структуру, проявляющуюся в одном или нескольких слоях.

Недостатком получаемого покрытия является возможность получения сквозной пористости, приводящей к коррозии подложки и к разрушению покрытия. Кроме этого, в процессе послойного напыления образуются межфазные границы в плоскостях, параллельных поверхности, и при циклических термонагрузках разница в значениях коэффициентов термического расширения может привести к расслоению покрытия и его разрушению.

Задачей предложенного технического решения является устранение указанных недостатков и создание наноструктурного покрытия из оксида циркония и способа его нанесения на металлическую поверхность, применение которых позволит

сформировать плавный переход от металлического материала к оксидному покрытию без межфазной границы макроскопического размера.

Решение указанной задачи достигается тем, что в предложенном теплозащитном нанокompозитном покрытии, включающем оксид циркония, нанесенном на поверхность изделия из никелевого сплава с использованием магнетронной системы, содержащем первичный сплошной слой, градиентный переходный слой и пленку из оксида циркония, при этом первичный сплошной слой состоит из никелевого сплава, соответствующего составу упомянутого изделия, с цирконием и с добавками стабилизирующего элемента, градиентный переходный слой содержит две фазы: диэлектрическую фазу из оксида циркония и металлическую фазу из никелевого сплава, соответствующего составу упомянутой поверхности изделия, и циркония с добавкой стабилизирующего элемента, при этом доля оксидной фазы в переходном слое возрастает по мере увеличения его толщины.

Для получения покрытия предложен способ его формирования на поверхности изделия из никелевого сплава, при применении которого согласно изобретению осуществляют формирование на поверхности изделия первичного сплошного слоя из никелевого сплава, соответствующего составу упомянутого изделия, с цирконием и с добавкой стабилизирующего элемента, градиентного переходного слоя и напыление пленки из оксида циркония до достижения ею требуемой толщины покрытия, при этом формирование упомянутого первичного слоя и градиентного переходного слоя осуществляют с использованием магнетронной системы с двумя магнетронами, причем с помощью первого магнетрона распыляют мишень из упомянутого никелевого сплава, а с помощью второго магнетрона распыляют вторую мишень из циркония с добавкой стабилизирующего элемента, причем упомянутый первичный слой формируют путем совместного распыления указанных мишеней в атмосфере аргона с интенсивностью атомного потока, сформированного от упомянутой первой мишени, превышающей интенсивность атомного потока от упомянутой второй мишени, затем осуществляют формирование упомянутого градиентного переходного слоя путем распыления упомянутых мишеней в присутствии кислорода с образованием в переходном слое оксида циркония и неокисленного никелевого сплава, при этом парциальное давление кислорода при распылении плавно увеличивают до давления $1,5 \cdot 10^{-3}$ Па, а мощность первого магнетрона, распыляющего первую мишень из упомянутого никелевого сплава, уменьшают вплоть до его полного отключения.

В варианте применения в качестве стабилизирующего элемента используют иттрий.

Предложенное наноструктурное композитное покрытие может быть получено следующим образом.

Для получения указанного покрытия используется магнетронная система с двумя магнетронами. При помощи первого магнетрона распыляют первую мишень из никелевого сплава, а при помощи второго магнетрона распыляют мишень из циркония с добавками стабилизирующих элементов, например иттрия. Первоначальное распыление мишеней осуществляется в атмосфере аргона, причем интенсивность атомного потока, сформированного от никелевой мишени, превышает интенсивность атомного потока от циркониевой мишени. После формирования первичного сплошного металлического слоя в рабочую камеру добавляется кислород, после чего процесс напыления приобретает характер реактивного - в напыляемой пленке начинает образовываться оксид. В силу различных значений энергий связи в оксиде никеля и оксиде циркония в формирующемся покрытии происходит образование оксида циркония, в то время как никель остается неокисленным.

Таким образом, в результате одновременного распыления никелевого сплава и циркония в смешанной кислородно-аргонной атмосфере происходит напыление

композитного материала металл-оксид. В процессе напыления парциальное давление кислорода плавно увеличивается до давления $1,5 \cdot 10^{-3}$ Па, а мощность магнетрона, распыляющего металлический сплав, уменьшают вплоть до его полного отключения. После этого продолжают напыление оксида циркония до достижения им требуемой толщины.

В этом случае в покрытии образуется переходной слой из градиентного нанокompозитного материала, содержащего две фазы: металлическую фазу с составом, соответствующим составу защищаемой поверхности, и диэлектрическую фазу - собственно оксид циркония различной стехиометрии, при этом соотношение фаз в переходном слое обеспечивается не постоянным, а переменным, с возрастанием доли оксидной фазы по мере увеличения толщины пленки. В результате создания такого градиентного слоя формируется плавный переход от металлического материала к оксиду без межфазной границы макроскопического размера, при этом сформированный градиентный слой является не только композитным, но и наноструктурированным, поскольку характерные размеры включений каждой фазы составляют от единиц до нескольких десятков нанометров в зависимости от объемной доли фазы.

Полученная наноструктурированность не только повышает механическую прочность покрытия, но и приводит к изотропному распределению внутренних напряжений при циклических термонагрузках, что повышает жаропрочность и жаростойкость покрытия.

Использование предложенного технического решения позволит создать наноструктурное композитное покрытие из оксида циркония, применение которого позволит сформировать плавный переход от металлического материала к оксиду без межфазной границы макроскопического размера, что, в конечном итоге, позволит повысить механическую прочность покрытия и приведет к изотропному распределению внутренних напряжений при циклических термонагрузках, что позволит повысить жаропрочность и жаростойкость покрытия.