

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



(19) **RU** **2 607 055** (13)

C2

(51) МПК

C23C 4/10 (2006.01)

C23C 4/12 (2006.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ**

(21)(22) Заявка: [2014117429](#), 29.04.2014

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
29.04.2014

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 29.04.2014

(43) Дата публикации заявки: 10.11.2015 Бюл.
№ [31](#)

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

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: RU 2423550 C1, 10.07.2011. RU
2341587 C2, 20.12.2008. WO 2012142422 A1,
18.10.2012. BY 11379 C1, 30.12.2008. WO
2011036246 A3, 31.03.2011.

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) Способ нанесения теплозащитного композитного покрытия, содержащего оксид циркония, на металлическую поверхность изделия

(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. Способ нанесения теплозащитного композитного покрытия, содержащего оксид циркония, на металлическую поверхность изделия включает формирование на металлической поверхности композитной структуры металл-оксид при совместном напылении металлов и напыление пленки оксида циркония до достижения ею требуемой толщины. В получаемом покрытии, содержащем оксид циркония, стабилизированный иттрием, создают градиентный переходный слой, содержащий две фазы в виде металлической фазы с составом, соответствующим составу защищаемой поверхности, и диэлектрической фазы, содержащей оксид циркония, при этом соотношение фаз в переходном слое изменяют с возрастанием доли оксидной фазы по мере увеличения толщины пленки. Для получения указанного градиентного переходного слоя

используют магнетронную систему с двумя магнетронами. При помощи первого магнетрона распыляют первую мишень из никелевого сплава, состав которого соответствует составу металлического изделия, а при помощи второго магнетрона распыляют вторую мишень из циркония с добавками иттрия. Первоначальное распыление мишеней осуществляют в среде аргона, при этом интенсивность атомного потока, сформированного от первой мишени из упомянутого никелевого сплава, превышает интенсивность атомного потока от второй циркониевой мишени. После формирования первичного сплошного слоя из никелевого сплава в рабочую камеру подают кислород с обеспечением реактивного напыления с образованием в напыляемой пленке оксида циркония при неокисленном никелевом сплаве, при этом в процессе напыления парциальное давление кислорода 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. Обеспечиваются механическая прочность покрытия, повышение его жаропрочности и жаростойкости, а также высокое значение адгезии и когезии покрытия на рабочих поверхностях деталей.

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 композитного покрытия, содержащего оксид циркония, на металлическую поверхность изделия, включающий формирование на металлической поверхности композитной структуры металл-оксид, при этом в получаемом покрытии создают градиентный переходный слой, содержащий две фазы - металлическую фазу и диэлектрическую фазу, содержащую оксид циркония, причем соотношение фаз в переходном слое изменяется с возрастанием доли оксидной фазы по мере увеличения толщины пленки (патент РФ №2423550 С1, МПК С23С 28/00, 10.07.2011 - прототип).

Основным недостатком является то, что при получении покрытия с заданными свойствами указанным методом послойного напыления образуются межфазные границы в плоскостях, параллельных обрабатываемой поверхности, и при циклических термонагрузках разница в значениях коэффициентов термического расширения может привести к расслоению покрытия и его разрушению. 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 способа нанесения оксидного покрытия на металлическую поверхность, применение которого позволит сформировать плавный переход от металлического материала к оксидному покрытию без межфазной границы макроскопического размера.

Решение указанной задачи достигается тем, что в предложенном способе нанесения теплозащитного композитного покрытия, содержащего оксид циркония, на

металлическую поверхность изделия, включающем нанесение оксидного покрытия на металлическую поверхность, формирование на металлической поверхности композитной структуры металл-оксид при совместном реактивном напылении металлов, согласно изобретению в получаемом покрытии из оксида циркония, стабилизированного иттрием, создают градиентный переходный слой, содержащий две фазы: металлическую фазу с составом, соответствующим составу защищаемой поверхности, и диэлектрическую фазу, содержащую оксид циркония, при этом соотношение фаз в переходном слое изменяют с возрастанием доли оксидной фазы по мере увеличения толщины пленки, при этом для получения указанного градиентного переходного слоя используют магнетронную систему с двумя магнетронами, причем при помощи первого магнетрона распыляют первую мишень с никелевым сплавом, состав которого соответствует составу металлического изделия, а при помощи второго магнетрона распыляют вторую мишень из циркония с добавками иттрия, причем первоначальное распыление мишеней осуществляют в среде аргона таким образом, что интенсивность атомного потока, сформированного от первой никелевой мишени, превышает интенсивность атомного потока от второй циркониевой мишени, при этом после формирования первичного сплошного металлического слоя в рабочую камеру добавляют кислород и придают процессу напыления характер реактивного с образованием в напыляемой пленке оксида циркония при неокисленном никеле, при этом в процессе напыления, парциальное давление кислорода плавно увеличивают до давления $1,5 \cdot 10^{-3}$ Па, а мощность первого магнетрона, распыляющего первую мишень с металлическим сплавом, уменьшают вплоть до его полного отключения, после чего продолжают напыление чистого оксида циркония до достижения им требуемой толщины.

Предложенный способ реализуется следующим образом. Для повышения адгезионной прочности покрытия из оксида циркония, стабилизированного иттрием, напыляемого на металлические сплавы, создают переходный слой из градиентного нанокompозитного материала, содержащего две фазы: металлическую фазу с составом, соответствующим составу защищаемой поверхности, и диэлектрическую фазу, собственно оксид циркония различной стехиометрии. Соотношение фаз в переходном слое обеспечивают не постоянным, а изменяют 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.

Для создания указанного градиентного переходного слоя используется магнетронная система с двумя магнетронами. Первый магнетрон распыляет мишень, состав которой соответствует составу металлического изделия, а второй магнетрон распыляет мишень из циркония с добавками стабилизирующих элементов, например иттрий. 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, уменьшается вплоть до его полного

отключения. После этого продолжается напыление чистого оксида циркония до достижения им требуемой толщины.

В этом случае формируемый 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 способ нанесения теплозащитного композитного покрытия, содержащего оксид циркония, на металлическую поверхность изделия, 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, а это позволит повысить жаропрочность и жаростойкость покрытия.