

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 607 677** ⁽¹³⁾ **C2**

(51) МПК
[C23C 14/35 \(2006.01\)](#)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ**

(21)(22) Заявка: [2014118303](#), 06.05.2014

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
06.05.2014

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: **06.05.2014**

(43) Дата публикации заявки: **20.11.2015** Бюл.
№ [32](#)

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

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: ВУ 13516 С1, 30.08.2010; RU 2228387
С2, 10.05.2004; ВУ 15928 С1, 30.06.2012; EP
1374992 В1, 15.02.2006; EP 1541714 А1,
15.06.2005.

Адрес для переписки:

**394026, г.Воронеж, Московский просп., 14,
ФГБОУ ВО "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
образования "Воронежский
государственный технический
университет" (RU)**

(54) **Способ формирования на поверхности изделия из никелевого сплава композитного покрытия**

(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 формирования на поверхности изделия из никелевого сплава композитного покрытия, содержащего оксид циркония, включает напыление пленки оксида циркония до достижения ею требуемой толщины, при этом перед напылением упомянутой пленки на поверхности изделия формируют первичный сплошной слой из никелевого сплава, соответствующего составу упомянутого изделия, с цирконием и с добавкой стабилизирующего элемента и градиентный переходный нанокompозитный слой со структурой металл-оксид. Формирование упомянутого первичного слоя и градиентного переходного нанокompозитного слоя осуществляют с использованием магнетронной системы с двумя совместно распыляющими 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, причем интенсивность атомного потока, сформированного от упомянутой первой мишени, превышает интенсивность атомного потока от упомянутой второй мишени. Затем осуществляют формирование градиентного переходного нанокompозитного слоя путем распыления упомянутых мишеней в присутствии кислорода с образованием в упомянутом градиентном слое оксида циркония при неокисленном никелевом сплаве. Соотношение фаз в градиентном переходном слое изменяют с возрастанием доли оксидной фазы с увеличением толщины упомянутого слоя, при этом парциальное давление кислорода при распылении плавно увеличивают до $1,5 \cdot 10^{-3}$ Па, а мощность первого магнетрона, распыляющего первую мишень из упомянутого никелевого сплава, уменьшают вплоть до его полного отключения, при этом получают плавный переход от слоя из никелевого сплава к пленке из оксида циркония без межфазной границы макроскопического размера. Обеспечивается механическая прочность покрытия, повышение его жаропрочности и жаростойкости, а также высокое значение адгезии и когезии покрытия на рабочих поверхностях изделий.

Изобретение относится к области материаловедения, в частности к способам напыления теплозащитных покрытий, и может найти применение в авиационной 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 (Патент US 6180184, C23C 4/10, 30.01.2001 - прототип).

Согласно этому способу получают термобарьерное покрытие 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 способа 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 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 формирования на поверхности изделия из никелевого сплава композитного покрытия, содержащего оксид циркония, включающем напыление пленки оксида циркония до достижения ею требуемой толщины, согласно изобретению перед напылением

упомянутой пленки на поверхности изделия формируют первичный сплошной слой из никелевого сплава, соответствующего составу упомянутого изделия, с цирконием и с добавкой стабилизирующего элемента и градиентный переходный нанокompозитный слой со структурой металл-оксид, при этом формирование упомянутого первичного слоя и градиентного переходного нанокompозитного слоя осуществляют с использованием магнетронной системы с двумя совместно распыляющими 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, причем интенсивность атомного потока, сформированного от упомянутой первой мишени, превышает интенсивность атомного потока от упомянутой второй мишени, затем осуществляют формирование градиентного переходного нанокompозитного слоя путем распыления упомянутых мишеней в присутствии кислорода с образованием в упомянутом градиентном слое оксида циркония при неокисленном никелевом сплаве, при этом соотношение фаз в градиентном переходном слое изменяют с возрастанием доли оксидной фазы с увеличением толщины упомянутого слоя, при этом парциальное давление кислорода при распылении плавно увеличивают до $1,5 \cdot 10^{-3}$ Па, а мощность первого магнетрона, распыляющего первую мишень из упомянутого никелевого сплава, уменьшают вплоть до его полного отключения, при этом получают плавный переход от слоя из никелевого сплава к пленке из оксида циркония без межфазной границы макроскопического размера.

Предложенный способ реализуется следующим образом.

Создают 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. 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 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 порядка $1,5 \cdot 10^{-3}$ 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 формирования на поверхности изделия из никелевого сплава композитного покрытия, 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.