

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 606 815** ⁽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: [2014108809](#), 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: 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 распылении металлов, при этом получаемое покрытие из оксида циркония стабилизируют иттрием и создают градиентный переходный слой, содержащий две фазы в виде металлической фазы с составом, соответствующим составу защищаемой поверхности, и диэлектрической фазы, содержащей оксид циркония, стабилизированный иттрием, нанесенной на упомянутую металлическую фазу. Соотношение фаз в переходном слое изменяется с возрастанием доли оксидной фазы по мере увеличения толщины пленки. Для создания градиентного переходного слоя используют магнетронную систему с двумя

магнетронами, причем при помощи первого магнетрона распыляют мишень из никелевого сплава, состав которого соответствует составу металлического изделия, а при помощи второго магнетрона распыляют мишень из циркония с добавками стабилизирующего элемента иттрия. Первоначальное распыление мишеней осуществляют в атмосфере аргона, при этом интенсивность атомного потока, сформированного от упомянутой первой мишени, превышает интенсивность атомного потока от упомянутой второй мишени. После формирования первичного сплошного слоя из никелевого сплава в рабочую камеру подают кислород для обеспечения реактивного распыления с образованием в напыляемой пленке оксида циркония при неокисленном никеле. В процессе напыления парциальное давление кислорода плавно увеличивают до давления $1,5 \cdot 10^{-3}$ Па, а мощность первого магнетрона, распыляющего первую мишень из никелевого сплава, уменьшают вплоть до его полного отключения, после чего продолжают напыление оксида циркония до достижения пленкой из него требуемой толщины. При проведении указанных операций формируется плавный переход от упомянутого слоя из никелевого сплава к пленке из оксида циркония с механическими свойствами, плавно изменяющимися по толщине получаемого слоя, с обеспечением изотропного распределения внутренних напряжений при циклических термонагрузках. Обеспечивается механическая прочность покрытия, повышение его жаропрочности и жаростойкости, а также высокое значение адгезии и когезии.

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 323С 28/00, 10.07.2011 - прототип).

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 теплозащитного композитного покрытия, 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, заключающемся в формировании на металлической поверхности композитной структуры металл-оксид при совместном реактивном распылении металлов, согласно изобретению получаемое покрытие из оксида циркония, стабилизирующее иттрием и создают градиентный переходный слой, содержащий две фазы - металлическую фазу с составом, соответствующим составу защищаемой поверхности, и диэлектрическую фазу, содержащую оксид циркония, стабилизированный иттрием, нанесенную на упомянутую металлическую фазу, причем соотношение фаз в переходном слое изменяется с возрастанием доли оксидной фазы по мере увеличения толщины пленки, при этом для создания градиентного переходного слоя используют магнетронную систему с двумя магнетронами, причем при помощи первого магнетрона распыляют мишень из никелевого сплава, состав которого соответствует составу металлического изделия, а при помощи второго магнетрона распыляют мишень из циркония с добавками стабилизирующего элемента иттрия, причем первоначальное распыление мишеней осуществляют в атмосфере аргона таким образом, что интенсивность атомного потока, сформированного от первой никелевой мишени, превышает интенсивность атомного потока от циркониевой мишени, при этом после формирования первичного сплошного металлического слоя в рабочую камеру добавляют кислород и придают процессу распыления 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 из никелевого сплава, уменьшают вплоть до его полного отключения, после чего продолжают напыление оксида циркония до достижения им требуемой толщины, при этом формируют плавный переход от металлического материала к оксиду с механическими свойствами, плавно изменяющимися по толщине получаемого слоя, с обеспечением изотропного распределения внутренних напряжений при циклических термонагрузках.

Предложенный способ реализуется следующим образом.

Для повышения жаропрочности и жаростойкости композитных покрытий из оксида циркония, стабилизированного иттрием, напыляемого на металлические сплавы, 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 стабилизирующего элемента - 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 энергии 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 напыления 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 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, что позволит повысить жаропрочность и жаростойкость покрытия.