РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

(19) **RU** (11) **2 704 680**(13) **C1**

(51) МПК
C23C 4/00 (2006.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК
C23C 4/00 (2019.08)

(21)(22) Заявка: **2018144748, 18.12.2018**

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
18.12.2018

Дата регистрации:
30.10.2019

Приоритет(ы):
(22) Дата подачи заявки: **18.12.2018**

(45) Опубликовано: **30.10.2019** Бюл. № **31**

Адрес для переписки:
119334, Москва, Ленинский пр., 49, ИМЕТ РАН

(72) Автор(ы):
Калита Василий Иванович (RU),
Комлев Дмитрий Игоревич (RU),
Радюк Алексей Александрович (RU)

(73) Патентообладатель(и):
Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук (ИМЕТ РАН) (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: **КАЛИТА В.И. и др. Плазменные покрытия с нанокристаллической и аморфной структурой. М.: Лидер, 2008. 386 с. RU 2038410 C1, 27.06.1995. BY 16944 C1, 30.04.2013. US 4199104 A1, 22.04.1980. US 4505945 A1, 19.03.1985. HOUBEN J.M. et al. Problems Encoutered in the Development of locally shielding Plasma spray Devices. 9 th. Inter. Thermal Spraying** (см. прод.)

(54) Способ плазменного напыления с насадкой к плазмотрону и устройство для его осуществления

(57) Реферат:

Изобретение относится к области металлургии, к напылению плазменных покрытий и может быть использовано для формирования износостойких, коррозионностойких и функциональных покрытий с минимальным содержанием оксидов, формирующихся в процессе напыления. Способ и устройство напыления покрытий при использовании насадки к плазмотрону с экстракцией плазмообразующего газа после нагрева и ускорения напыляемых частиц. Способ включает присоединение к насадке плазмотрона камеры с защитной атмосферой и возврат плазмообразующего газа на выходной торец насадки, напыление и дополнительную подачу чистого инертного газа. Устройство плазменного напыления с насадкой к плазмотрону включает в себя сопло для разгона и нагрева частиц напыляемого материала, кольцевой канал для экстракции газа плазменной струи, холодильник, компрессор с фильтром, сопла для подачи возвращаемого газа в зону напыления и подачи чистого инертного газа, и присоединенную к торцу насадки камеру с защитной атмосферой. Техническим результатом является снижение содержание кислорода в напыленном покрытии. 2 н. и 5 з.п. ф-лы, 1 табл., 7 пр., 4 ил.

RU 2704680 C1

RU 2704680 C1

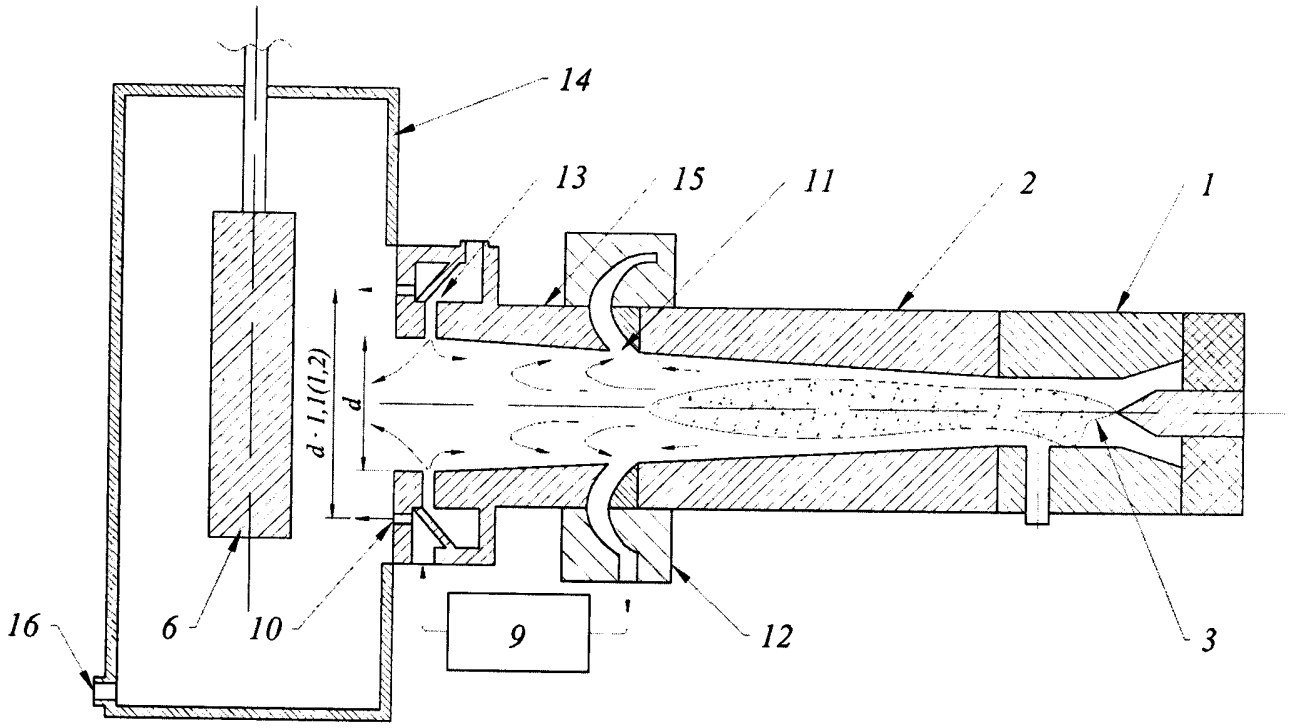

Рис.4

(56) (продолжение):
Conf. 1980, p.197-206.

RU 2704680 C1

RU 2704680 C1

RUSSIAN FEDERATION

FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(19) **RU** (11) **2 704 680** (13) **C1**

(51) Int. Cl.
C23C 4/00 (2006.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(52) CPC
C23C 4/00 (2019.08)

(21)(22) Application: **2018144748, 18.12.2018**

(24) Effective date for property rights:
18.12.2018

Registration date:
30.10.2019

Priority:
(22) Date of filing: **18.12.2018**

(45) Date of publication: **30.10.2019** Bull. № **31**

Mail address:
119334, Moskva, Leninskij pr., 49, IMET RAN

(72) Inventor(s):
Kalita Vasilij Ivanovich (RU),
Komlev Dmitrij Igorevich (RU),
Radyuk Aleksej Aleksandrovich (RU)

(73) Proprietor(s):
Federalnoe gosudarstvennoe byudzhetnoe uchrezhdenie nauki Institut metallurgii i materialovedeniya im. A.A. Bajkova Rossijskoj akademii nauk (IMET RAN) (RU)

(54) METHOD OF PLASMA SPUTTERING WITH PLASMATRON ATTACHMENT AND DEVICE FOR ITS IMPLEMENTATION

(57) Abstract:

FIELD: metallurgy.

SUBSTANCE: invention relates to metallurgy, to sputtering of plasma coatings and can be used for formation of wear-resistant, corrosion-resistant and functional coatings with minimum content of oxides formed during sputtering. Method and device for sputtering of coatings using nozzle to plasmatron with extraction of plasma-forming gas after heating and acceleration of sputtered particles. Method involves attaching a chamber with a protective atmosphere to the plasmatron nozzle and returning the plasma-forming gas to the nozzle outlet end, sputtering and additional supply of pure inert gas. Plasma spraying device with a plasmatron attachment includes a nozzle for acceleration and heating of particles of the sputtered material, an annular channel for plasma jet gas extraction, a cooler, a compressor with a filter, nozzles for supply of returned gas to the spraying zone and supply of pure inert gas, and a chamber with a protective atmosphere attached to the end of the nozzle.

EFFECT: reduced content of oxygen in sprayed coating.

7 cl, 1 tbl, 7 ex, 4 dwg

RU 2704680 C1

RU 2704680 C1

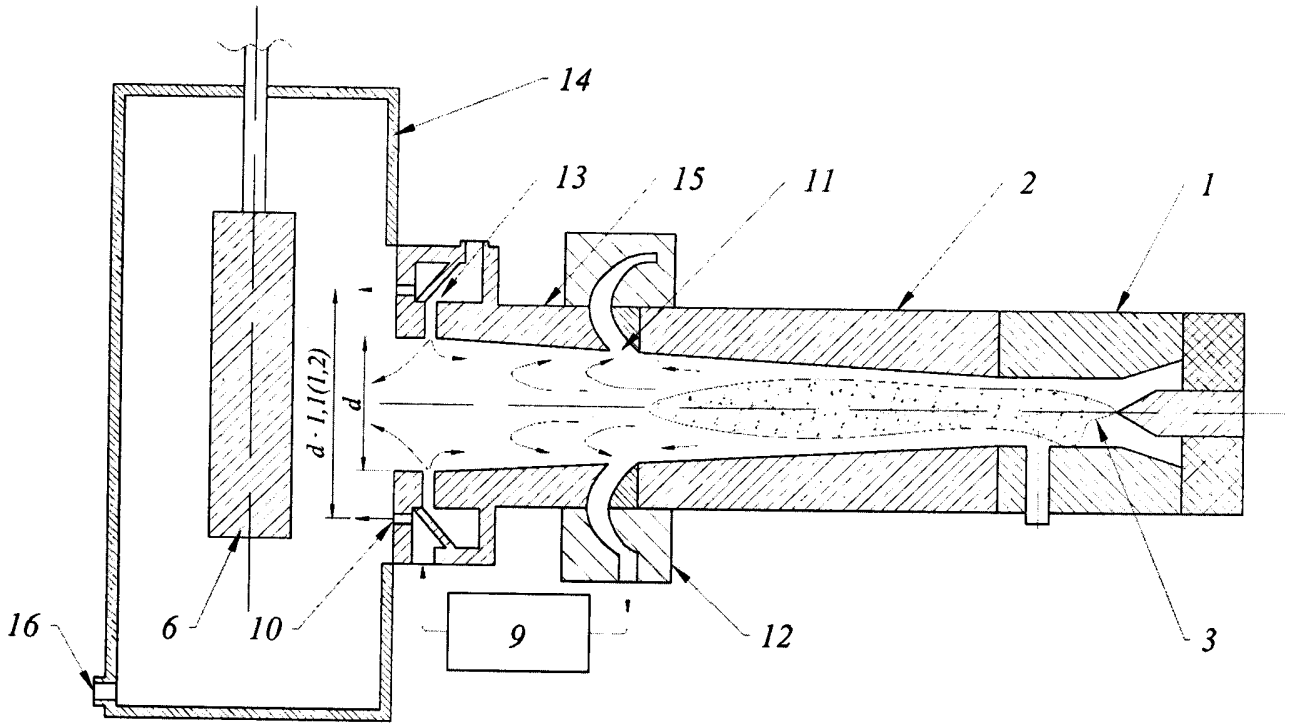

Рис.4

RU 2704680 C1

RU 2704680 C1

Изобретение относится к области металлургии, а более конкретно к напылению плазменных покрытий и может быть использовано для формирования износостойких, коррозионностойких и функциональных покрытий с минимальным содержанием оксидов, формирующихся в процессе напыления.

Известен способ плазменного напыления с использованием конической насадки к плазмотрону с длиной равной дистанции напыления порошка (Johan M. Houben, United States Patent 4,199,104, Apr. 22, 1980 Int. Cl'B05B 17/04, U.S. C. 239/81; 239/85;219/76.16. Более подробно описанный в работе 23. Houben J.M., Liempd G.G. Problems Encoutered in the Development of locally shielding Plasma spray Devices. 9th. Inter. Thermal Spraying Conf. 1980, p.197-206). На рис. 1 схематично изображен плазмотрон (поз. 1) с конической насадкой (поз. 2). При напылении частицы напыляемого порошка подаются в плазменный поток (поз. 3) через штуцер (поз. 4) и под действием плазменного потока поступает в полость насадки (поз. 2). Угол раствора внутренней конической поверхности насадки равен 30°. В результате плазменный поток с напыляемыми частицами отрывается от стенок насадки и формируются зоны с местным вихревым движением плазмообразующего газа. Подача дополнительной среды, газа и/или жидкого азота в эти зоны через отверстия (поз. 5) насадки (поз. 2) приводит к повышению давления вдоль стенок, турбулентность плазменного потока в этом случае уменьшается. Дополнительная среда снижает температуру внутренней стенки насадки и предотвращают всасывание атмосферного воздуха через зазор между выходным торцом насадки и подложкой (поз. 6) на которой формируется покрытие (поз. 7). Недостатком данного способа напыления является снижение температуры газового потока, который должен нагревать и разгонять напыляемые частицы.

Известен способ напыления с насадкой, в которой в зоне формирования покрытия производят экстракцию плазменного потока (Бобров Г.В. Повышение качества плазменных покрытий изменением характера воздействия потока частиц на поверхность напыления //Исследование и разработка теоретических проблем в области порошковой металлургии и защитных покрытий. - Материалы Всесоюзной конференции. Минск. 24-26 мая 1984. - Т. 3. - с. 255.). В торцевой части насадки располагается коллектор, через который производится экстракция плазменной струи и дополнительный сопловой блок, обеспечивающий ввод дополнительного защитного потока из чистого газа. Экстракция плазменного потока производится со скоростью 5 литров в секунду, что в 5 раз превышает расход плазмообразующего газа. Недостатком данного способа напыления является несогласованность расходов удаляемого газа и чистого защитного газа, в результате чего на срезе насадки температура и скорость истечения струи резко снижаются.

В работе (Сидоренко В.В., Кругляков Е.А., Затока А.Е. Напыление газотермических покрытий термосиловым воздействием струи. Технические достижения в области газотранспортного оборудования: Сб. научных трудов ВНИИГаМ. 1986, с. 124-129), по сравнению со способом в котором экстракцию плазменного потока производят в зоне формирования покрытия, расход экстрагируемого газа увеличен с 5 до 15 л/с.Недостатком данного способа также является несогласованность между количеством газа экстракции и произвольной подачей в выходную часть насадки, защитного газа, а высокая скорость экстракции плазмообразующего газа создает большие трудности для сохранения инертности атмосферы в пятне напыления, из за поступления (захвата) воздуха атмосферы в зазор между торцем насадки и напыляемой поверхностью. Известена конструкция насадки для плазменного напыления, описанная в работе (Houben J.M., Liempd G.G. Problems Encoutered in the Development of locally shielding Plasma

spray Devices. 9 th. Inter. Thermal Spraying Conf. 1980, p.197-206.). В представленной на рис. 2 конструкции входной диаметр насадки (поз. 2) в три раза больше диаметра выходного отверстия анода плазмотрона (поз. 1). При истечении плазменной струи из плазмотрона внутри насадки формируются зоны разряжения с местным вихревым движением плазмообразующего газа. Из этих пристеночных областей насадки плазменный поток удаляют (поз. 8) и подают компрессором (поз. 9) через сопла в области выходной части насадки (поз. 10), для повышения инертности атмосферы в пятне напыления. Недостатками данного способа является то, что отверстия для экстракции плазменной струи расположены перпендикулярно направлению ее движения, в результате чего экстракция высокоскоростного потока газа не эффективна и не реализуется ее 100% экстракция в области пятна напыления, не эффективен и возврат плазмообразующего газа на торце насадки, так как он направлен только внутрь насадки. В результате насадка подобной конструкции взаимодействует преимущественно с периферийной частью плазменной струи. Для формирования покрытий с аморфной и нано структурой известно устройство насадки со 100% экстракцией плазменного потока после ускорения и нагрева напыляемых частиц (Калита В.И., Комлев Д.Н. Плазменные покрытия с нанокристаллической и аморфной структурой. М: Лидер, 2008. 386 с). Для этой конструкции насадки, представленной на рис. 3, экспериментально установлено, что даже при оптимальной конфигурации профиля сопла (поз. 2), для полной (100%) экстракции плазменного потока, количество экстрагируемого газа должно в 1,5 раза превышать количество плазмообразующего газа, что является естественным при наличии сквозного отверстия в выходной части насадки. Во избежание поступления воздуха атмосферы в насадку, необходима подача дополнительного газа на ее свободный торец. Такую подачу дополнительного газа можно осуществить за счет повторного использования плазмообразующего газа после его экстракции, охлаждения и очистки от нано частиц, образовавшихся при конденсации испарившегося в плазменной струе напыляемого материала. Экстракция газа осуществляется через кольцевой канал (поз. 11), удаленный от выходного отверстия анода на дистанцию необходимую для нагрева и ускорения напыляемых частиц. Профиль данного канала плавно разворачивает натекающий на него плазменный поток и направляет его в охлаждающее устройство (холодильник) (поз. 12). Компрессор (поз. 9) оснащается фильтром, улавливающим захваченную вместе с газовым потоком часть напыляемого материала, для предотвращения попадания в зону напыления нано размерной пылевидной фракции (до 10% от массы напыляемого порошка), что повышает качество покрытий и дополнительно улучшается экологическое состояние напылительного пространства. Возврат охлажденного и очищенного газа производиться через сопловую часть насадки (поз. 10) в двух направлениях; внутрь насадки (этот поток замещает объем экстрагируемого через кольцевой канал (поз. 11) плазменного потока) и перпендикулярно подложке, на которой формируется покрытие (для сохранения инертности атмосферы в пятне напыления). Схематично система «плазмотрон - насадка» (рис. 3) может быть разбита на четыре зоны: A - зона нагрева и ускорения порошка в цилиндрической части канала плазмотрона; B - зона нагрева и ускорения порошка в конической части насадки; C - зона экстракции плазменного потока; D - зона формирования покрытия.

Для оптимизации системы «плазмотрон - насадка», были использованы следующие положения, опубликованные в научно-технической литературе:

- бесступенчатый переход между плазмотроном и соплом насадки должен свести к минимуму потери кинетической энергии плазменного потока;

- плавное расширение сопла в зоне экстракции позволяет направленно удалять плазменный поток при минимальном захвате атмосферы воздуха;

- для увеличения степени экстракции плазменного потока начальная часть сопла в зоне С имеет экран;

- длина сопла до экстракции плазменного потока должна быть выбрана равной дистанции, на которой происходит эффективный нагрев и ускорение частиц напыляемого порошка.

Этот источник является наиболее близким к способу плазменного напыления с насадкой к плазмотрону, его взяли в качестве прототипа.

Покрытие, сформированное по способу, указанному в прототипе, имеет следующие недостатки. В зазор шириной 5-10 мм между выходным торцом насадки и покрытием на подложке возможно попадание воздуха из окружающей атмосферы, не смотря на подачу возвратного плазмообразующего газа в направлении подложки. Из-за чего невозможно исключить взаимодействие напыляемого материала с кислородом окружающей атмосферы.

Задачей изобретения является: создание способа плазменного напыления с насадкой к плазмотрону для повышения инертности атмосферы в зоне формирования покрытия на подложке и устройства для его осуществления.

Техническим результатом изобретения является: снижение содержания кислорода в напыленном покрытии.

Технический результат достигается тем, что при реализации способа плазменного напыления с насадкой к плазмотрону в промежуток между торцом насадки и напыляемой деталью подается охлажденный и очищенный экстрагируемый из плазменной струи газ, чистый инертный газ подают внутрь сопловой части насадки с расходом, до 3 раз превышающим расход плазмообразующего газа, а напыление производится в защитной газовой атмосфере в присоединенной к насадке камере. В устройстве для плазменного напыления (показано на рис. 4) между каналом экстракции газа плазменной струи (поз. 11) и соплом выхода возвратного газа на диаметре равном выходному диаметру насадки устанавливается сопло подачи чистого инертного газа (поз. 13), возвратный плазмообразующий газ подают через кольцевой зазор (поз. 10) с диаметром равным 1,1÷1,2 от диаметра пятна напыления в торцевой части насадки, а к торцу насадки присоединена камера (поз. 14). Канал экстракции газа плазменной струи (поз. 4) располагается на дистанции необходимой для максимального нагрева и ускорения частиц напыляемого материала (зона В), сечение канала выполнено с плавным поворотом для минимальной потери скорости при развороте экстрагируемого газа. Сопло подачи чистого инертного газа (поз. 13) выполнено в виде кольцевого зазора на диаметре равном выходному диаметру насадки, сопловая часть которого направлена под углом 90° по отношению к оси плазменной струи для равномерного распределения поступающего через него инертного газа в объеме выходной части насадки и предотвращения попадания кислорода атмосферы в выходную часть насадки при экстракции газа плазменной струи. Сопло выхода возвратного газа (поз. 10) выполнено в виде кольцевого зазора сопловая часть которого направлена параллельно оси плазменной струи для снижения содержания кислорода в зоне затвердевания и охлаждения частиц напыляемого материала. Промежуточное сопло (поз. 15) между кольцевым каналом экстракции газа плазменной струи и соплами подачи чистого инертного газа и возвращаемого газа, установлено для максимальной (до 100%) экстракции газа плазменной струи и замены его чистым инертным газом. К выходному торцу насадки присоединена камера (поз. 14), позволяющая производить в ней

перемещение детали (поз. 6) в момент напыления, защитная атмосфера в камере поддерживается за счет поступающего через сопло (поз. 13) чистого инертного газа и охлажденного возвратного газа плазменной струи, выход газа из камеры производится направленно в вентиляционную систему через обратный клапан (поз. 16), для предотвращения попадания внутрь камеры атмосферного кислорода.

Получаемый технический результат можно объяснить тем, что инертность атмосферы в зоне формирования покрытия на подложке повышается.

Данные по содержанию кислорода в плазменном покрытии Ni-20% Cr при подаче охлажденного плазмообразующего (возвратный) газа и чистого Ar в зону выходного торца насадки в массовых % приведено в таблице 1. При содержании в исходном порошке для напыления 0,173 мас. % кислорода.

Таблица 1

Наличие камеры	Вид газа подающегося в зону напыления и его расход, л/мин.			
	0	Возвратный-34	Возвратный-34, Ar-61	Возвратный-34, Ar-74
нет	2,16	1,51	0,783	0,651
да	-	0,987	0,198	0,121

Пример 1. Покрытие Ni-20%Cr напылили плазменным способом с насадкой, без камеры, без возвратного газа в зону напыления и без подачи в эту зону дополнительного чистого газа аргона. Содержание кислорода в покрытии равно 2,16 мас. %

Пример 2. Покрытие Ni-20%Cr напылили плазменным способом с насадкой, без камеры, с возвратом плазмообразующего газа в зону напыления, 34 литра в минуту, без подачи в эту зону дополнительного чистого газа аргона. Содержание кислорода в покрытии равно 1,51 мас. %.

Пример 3. Покрытие Ni-20%Cr напылили плазменным способом с насадкой, без камеры, с возвратом плазмообразующего газа в зону напыления, 34 литра в минуту, и с подачей в эту зону дополнительного чистого газа аргона, 61 литра в минуту. Содержание кислорода в покрытии равно 0,783 мас. %.

Пример 4. Покрытие Ni-20% Cr напылили плазменным способом с насадкой, без камеры, с возвратом плазмообразующего газа в зону напыления, 34 литра в минуту, и с подачей в эту зону дополнительного чистого газа аргона, 74 литра в минуту. Содержание кислорода в покрытии равно 0,651 мас. %.

Пример 5. Покрытие Ni-20% Cr напылили плазменным способом с насадкой, с камерой, с возвратом плазмообразующего газа в зону напыления, 34 литра в минуту, без подачи в эту зону дополнительного чистого газа. Содержание кислорода в покрытии равно 0,987 мас. %.

Пример 6. Покрытие Ni-20% Cr напылили плазменным способом с насадкой, с камерой, с возвратом плазмообразующего газа в зону напыления, 34 литра в минуту, и с подачей в эту зону дополнительного чистого газа аргона 61 литра в минуту. Содержание кислорода в покрытии равно 0,198 мас. %.

Пример 7. Покрытие Ni-20% Cr напылили плазменным способом с насадкой, с камерой, с возвратом плазмообразующего газа в зону напыления, 34 литра в минуту, и с подачей в эту зону дополнительного чистого газа аргона 74 литра в минуту. Содержание кислорода в покрытии равно 0,121 мас. %, что в 1,4 раза меньше чем в исходном порошке, 0,173 мас. %, и в в 2 раза меньше, чем при напылении этого порошка в динамическом вакууме, 0,24 мас. %.

(57) Формула изобретения

1. Способ плазменного напыления, включающий использование плазмотрона с

насадкой, при этом осуществляют экстракцию плазменной струи после нагрева и ускорения напыляемых частиц, охлаждение и очистку газа плазменной струи, подачу его в зону формирования покрытия, отличающийся тем, что охлажденный и очищенный экстрагируемый из плазменной струи газ подают в промежуток между торцом насадки и напыляемой деталью, а внутрь сопловой части насадки подают чистый инертный газ с расходом, не более чем в 3 раза превышающим расход плазмообразующего газа, при этом напыление производят в защитной газовой атмосфере в присоединенной к насадке камере.

2. Устройство для плазменного напыления способом по п.1, содержащее коническое сопло для разгона и нагрева частиц напыляемого материала, кольцевой канал для экстракции газа плазменной струи, холодильник для снижения температуры экстрагируемого газа, компрессор с фильтром для перекачки охлажденного газа и сопло для подачи возвращаемого газа в зону напыления, при этом между каналом экстракции газа плазменной струи и соплом выхода возвратного газа установлено сопло подачи чистого инертного газа на диаметре, равном выходному диаметру насадки, для предотвращения попадания кислорода атмосферы в выходную часть насадки при экстракции газа плазменной струи, а к выходному торцу насадки присоединена камера, выполненная с возможностью обеспечения перемещения подложки во время напыления и сохранения инертной атмосферы в зоне напыления.

3. Устройство по п.2, отличающееся тем, что кольцевой канал для экстракции газа плазменной струи расположен от торца анода плазмотрона на расстоянии, необходимом для максимального нагрева и ускорения частиц напыляемого материала, а сечение канала выполнено с плавным поворотом для минимальной потери скорости при развороте экстрагируемого газа.

4. Устройство по п.2, отличающееся тем, что сопло подачи чистого инертного газа выполнено в виде кольцевого зазора на диаметре, равном выходному диаметру насадки, при этом сопловая часть насадки направлена под углом 90° к оси плазменной струи для равномерного распределения поступающего через него инертного газа в объеме выходной части насадки.

5. Устройство по п.2, отличающееся тем, что сопло выхода возвратного газа выполнено в виде кольцевого зазора на торце насадки с диаметром, равным 1,1÷1,2 диаметра пятна напыления, при этом сопловая часть насадки направлена параллельно оси плазменной струи для снижения содержания кислорода в зоне затвердевания и охлаждения частиц напыляемого материала.

6. Устройство по п.2, отличающееся тем, что оно снабжено промежуточным соплом, установленным между кольцевым каналом экстракции газа плазменной струи и соплами подачи чистого инертного газа и возвращаемого газа, для получения максимальной до 100% экстракции газа плазменной струи и замены его чистым инертным газом.

7. Устройство по п.2, отличающееся тем, что оно снабжено вентиляционной системой и обратным клапаном, через который производится выход газа из камеры в вентиляционную систему для предотвращения попадания внутрь камеры атмосферного кислорода, при этом камера у выходного торца насадки выполнена с возможностью перемещения детали в момент напыления и поддерживания защитной атмосферы в камере за счет поступающего через насадку инертного газа и охлажденного возвратного газа плазменной струи, камера не имеет принудительного охлаждения.

1

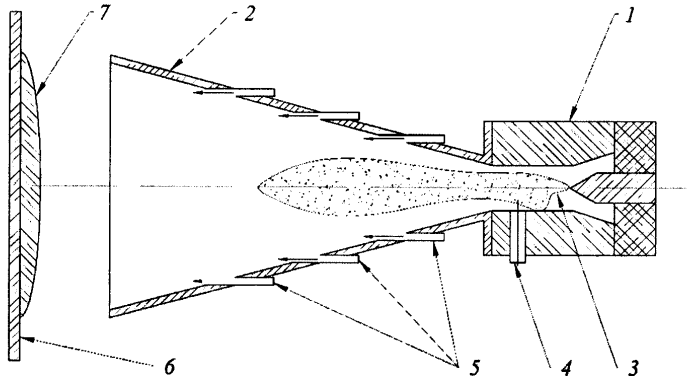

Рис.1

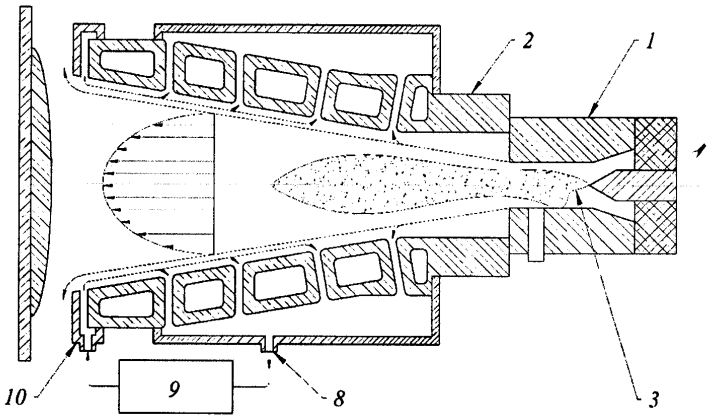

Рис.2

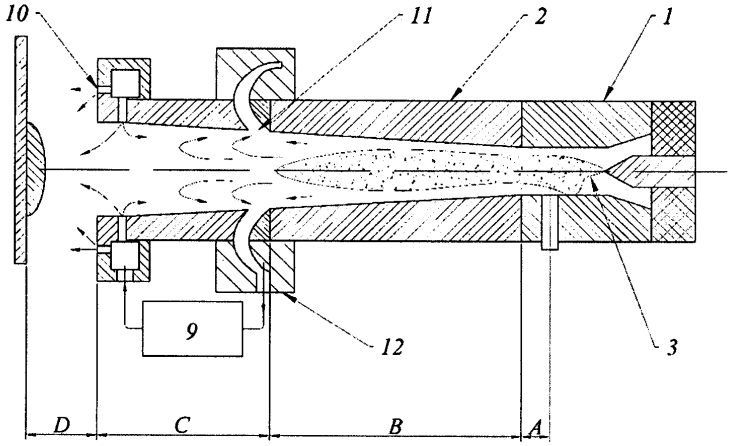

Рис.3

2

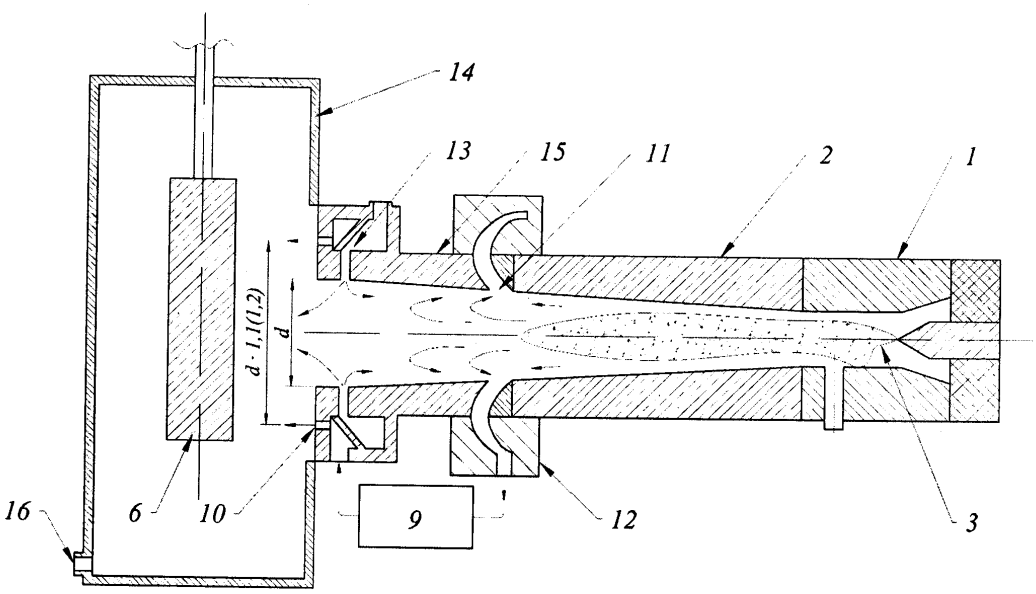

Рис.4