



**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2010119327/02, 13.05.2010

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
13.05.2010

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 13.05.2010

(43) Дата публикации заявки: 20.11.2011 Бюл. № 32

(45) Опубликовано: 27.03.2013 Бюл. № 9

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: RU 2096518 C1, 20.11.1997. RU 2033435 C1, 20.04.1995. RU 2283894 C2, 20.09.2006. RU 2264480 C2, 20.11.2005. US 20080193782 A1, 14.08.2008. EP 1214460 B1, 09.08.2006.

Адрес для переписки:

450027, Республика Башкортостан, г.Уфа-27,
а/я 58, ООО "НПП
"Уралавиаспецтехнология"

(72) Автор(ы):

Дыбленко Юрий Михайлович (RU),
Смыслов Анатолий Михайлович (RU),
Смыслова Марина Константиновна (RU),
Мингажев Аскар Джамилевич (RU),
Котельников Геннадий Петрович (RU),
Павлинич Сергей Петрович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Общество с ограниченной
ответственностью "Научно-
производственное предприятие
"Уралавиаспецтехнология" (RU),
Научно-производственное некоммерческое
партнерство "ТЕХНОПАРК
АВИАЦИОННЫХ ТЕХНОЛОГИЙ" (RU)**(54) СПОСОБ ИОННО-ПЛАЗМЕННОГО НАНЕСЕНИЯ ПОКРЫТИЯ В ВАКУУМЕ НА ПОВЕРХНОСТЬ ГРАВЮРЫ ШТАМПА ИЗ ЖАРОПРОЧНОГО НИКЕЛЕВОГО СПЛАВА**

(57) Реферат:

Изобретение относится к машиностроению, в частности к области горячей объемной штамповке металлических деталей, в частности деталей сложной формы, например лопаток газотурбинных двигателей. Способ ионно-плазменного нанесения покрытия в вакууме на поверхность гравюры штампа из жаропрочного никелевого сплава для горячей, преимущественно изотермической, штамповки в условиях сверхпластичности, включающий подготовку поверхности гравюры штампа и осаждение на подготовленную поверхность упрочняющего покрытия, отличается тем, что подготовку поверхности гравюры штампа осуществляют очисткой поверхности

ионами Zr с нагревом поверхности и с имплантацией поверхностного слоя ионами Zr, затем осаждают подслоя из Zr, а покрытие осаждают с общей толщиной слоев от 8 до 30 мкм путем осаждения слоя из Zr, Cr, Nb или их сочетания в реакционной среде N, C, В или в их смеси при давлении от 10^{-3} до 10^{-4} мм рт.ст. или путем чередования осаждения слоев из указанных металлов в вакууме при давлении от 10^{-4} до 10^{-9} мм рт.ст. с осаждением слоев из указанных металлов в упомянутой реакционной среде и проводят охлаждение до температуры 160-180°C при давлении в камере 10^{-3} Па. Повышается износостойкость штампа. 4 з.п. ф-лы, 2 табл., 1 пр.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
C23C 14/06 (2006.01)
C23C 14/24 (2006.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21)(22) Application: **2010119327/02, 13.05.2010**

(24) Effective date for property rights:
13.05.2010

Priority:

(22) Date of filing: **13.05.2010**

(43) Application published: **20.11.2011 Bull. 32**

(45) Date of publication: **27.03.2013 Bull. 9**

Mail address:

**450027, Respublika Bashkortostan, g.Ufa-27, a/ja
58, OOO "NPP "Uralaviaspetstekhnologija"**

(72) Inventor(s):

**Dyblenko Jurij Mikhajlovich (RU),
Smyslov Anatolij Mikhajlovich (RU),
Smyslova Marina Konstantinovna (RU),
Mingazhev Askar Dzhamilevich (RU),
Kotel'nikov Gennadij Petrovich (RU),
Pavlinich Sergej Petrovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Obshchestvo s ogranichennoj otvetstvennost'ju
"Nauchno-proizvodstvennoe predpriatie
"Uralaviaspetstekhnologija" (RU),
Nauchno-proizvodstvennoe nekommercheskoe
partnerstvo "TEKhNOPARK AVIATsIONNYKh
TEKhNOLOGIJ" (RU)**

(54) METHOD OF ION-PLASMA APPLICATION OF COATING IN VACUUM TO SURFACE OF DIE IMPRESSION FROM HEAT-RESISTANT NICKEL ALLOY

(57) Abstract:

FIELD: machine building.

SUBSTANCE: method of ion-plasma application of the coating in vacuum to the surface of die impression from heat-resistant nickel alloy for hot, mainly isothermal die stamping under conditions of superplasticity, involves preparation of die impression surface and deposition to the prepared surface of strengthening coating, differs by the fact that preparation of surface of die impression is performed by cleaning of surface with Zr ions with surface heating and with implantation of surface layer with Zr ions; then, Zr underlayer is deposited,

and coating is deposited with total thickness of layers of 8 to 30 mcm by depositing the layer of Zr, Cr, Nb or their combination in reaction medium of N, C, B or in their mixture at pressure of 10^{-3} to 10^{-4} mm Hg, or by alternation of deposition of layers from the above metals in vacuum at the pressure of 10^{-4} to 10^{-9} mm Hg with deposition of layers from the above metals in the above reaction medium, and cooling down to the temperature of 160-180°C at the chamber pressure of 10^{-3} Pa is performed.

EFFECT: improving die wear resistance.

5 cl, 2 tbl, 1 ex

Изобретение относится к машиностроению, в частности к области горячей объемной штамповке металлических деталей, в частности деталей сложной формы, например лопаток газотурбинных двигателей.

5 Метод горячей объемной штамповки используется в основном для изготовления деталей, работающих в условиях действия значительных статических и динамических нагрузок. К таким деталям относятся, например, лопатки компрессоров ГТД и ГТУ. Лопатки компрессора являются наиболее дорогостоящими деталями, определяющими ресурс двигателя, поэтому повышение их эксплуатационной надежности является
10 достаточно важной экономической и технической задачей.

Процесс горячей объемной штамповки, в том числе изотермической штамповки в условиях сверхпластичности, включает пластическую деформацию металлической заготовки, происходящую под воздействием прикладываемого к ней давления штампа, имеющего гравюру, соответствующую форме получаемой детали.

15 Титановые сплавы, например такие, как ВТ6, ВТЗ-1 и др., обладают высокой удельной прочностью и коррозионной стойкостью, поэтому они являются наиболее распространенными материалами для изготовления лопаток компрессора. Так, например, штампованные лопатки из сплава ВТ6 после стандартной термообработки имеют прочность до 1100 МПа и относительное удлинение 12...15%, а уровень
20 усталостной прочности лопаток из сплава ВТ6 составляет около 410 МПа.

Наиболее распространенным методом производства деталей из титановых сплавов является объемное деформирование в горячем состоянии и, в частности, такие широко применяемые процессы, как штамповка и прессование. При изготовлении лопаток из
25 титановых сплавов горячая объемная штамповка выполняется в условиях высоких температур, обеспечивающих структурные изменения в сплаве для получения заданных механических свойств деталей.

В условиях горячей объемной штамповки из-за высокого уровня напряжений, которому подвергается материал штампа при контакте с материалом заготовки, на
30 рабочую поверхность штампа накладывают смазку, позволяющую несколько уменьшить контактные напряжения между материалом заготовки штампа. Однако, например, при прессовании титановых сплавов со смазкой матрицы выходят из строя через каждые 10-15 прессовок [М.З.Ерманок. Прессование титановых сплавов. - М.:
35 Металлургия., 1979, с.120-135, 2, Л.А.Никольский. Горячая штамповка и прессование титановых сплавов. - М.: Машиностроение, 1975, 205 с.].

Процесс штамповки заготовок из сплавов на основе титана характеризуется высокой температурой нагрева заготовки до 1000°C, значительными усилиями, обусловленные высоким пределом текучести материала (при $t=1000^{\circ}\text{C}$ $\sigma_T > 200$ МПа, в
40 то время как сталь при $t=1200^{\circ}\text{C}$ имеет $\sigma_T < 100$ МПа, значительной величиной коэффициента трения пары Ті - материал инструмента, склонностью Ті к адгезионному схватыванию с материалом инструмента.

В этой связи достаточно большой интерес представляют способы обработки
45 рабочих поверхностей штампов, с помощью которых достигается из значительное упрочнение. Значительный эффект поверхностного упрочнения достигается за счет повышения не только твердости, но и износо- и коррозионной стойкости рабочей поверхности инструмента деформации. Для реализации указанных достоинств в
50 промышленных условиях нашли применение методы упрочнения концентрированными потоками энергии.

Известен способ упрочнения штампа с оплавлением передней поверхности пуансона и матрицы непрерывным излучением лазера, сориентированным

перпендикулярно передней поверхности и перемещающимся от периферии к рабочим кромкам (RU №2033435, C21D 1/09, C21D 9/22, 1995).

Известны также способы упрочнения штампа, заключающиеся в том, что на предварительно подготовленную поверхность наносится износостойкое покрытие из нитрида титана, при этом образуется переходная зона между поверхностью инструмента и покрытием, величина которой влияет на сцепление покрытия с материалом инструмента (Патент РФ №2062817, C23C 14/00, 14/26, опубл. 1996.06.27).

Наиболее близким к предлагаемому техническому решению является способ упрочнения штампа для штамповки, включающий подготовку поверхности гравюры штампа под нанесение покрытия и нанесение на подготовленную поверхность упрочняющего покрытия (Патент РФ №2096518, МПК C23C 14/06, C23C 14/16, опубл. 20.11.1997). Многослойное композиционное покрытие наносится на режущий или штамповый инструмент. Покрытие состоит из чередующихся слоев тугоплавких соединений, причем один из чередующихся слоев содержит тугоплавкие соединения металлов IV, V или IV, VI групп Периодической системы элементов, а другой - тугоплавкие соединения металлов IV, V, или VI групп, при этом толщина слоев составляет 1-10 мкм.

В то же время штамп, имеющий гравюру, соответствующую конфигурации готового изделия из титанового сплава, изготавливают, как правило, из жаропрочных сплавов, например, таких как ЖС6-У, ЖС6-К, ХН77ТЮР и др. В условиях воздействия высоких напряжений и температур возникают локальные адгезионные взаимодействия (схватывание, сварка и т.п.) между материалом поверхностного слоя гравюры штампа (жаропрочным никелевым сплавом) и материалом штампуемой заготовки (титановым сплавом). В результате такого взаимодействия и связанных с ним локальных «вырывов» с поверхности гравюры ухудшается ее микрогеометрия. Изменение микрогеометрии поверхности гравюры приводит к увеличению неоднородности напряженно-деформированного состояния поверхностного слоя гравюры. В результате этого возникающие на локальных участках поверхности в процессе штамповки значительные механические напряжения приводят к резкому возрастанию температуры на этих участках до 900°C - 1000°C и, как следствие, к разупрочнению материала штампа на этих участках из-за растворения γ' -фазы. Далее наступает ускоренная фаза износа поверхности гравюры из-за сильной деформации ее разупрочненных участков поверхности.

В этой связи, основным недостатком аналогов и прототипа является низкая стойкость штампов из жаропрочных никелевых сплавов из-за неэффективности их поверхностного упрочнения, не предотвращающего разупрочнение материала поверхностного слоя, возникающего в результате растворения γ' -фазы.

В основу настоящего изобретения была положена задача одновременного уменьшения адгезионного взаимодействия между материалом штампа и штампуемой заготовкой и стабилизации γ' -фазы материала штампа.

Техническим результатом изобретения является повышение износостойкости штампа.

Поставленная задача и указанный технический результат осуществляется тем, что в способе ионно-плазменного нанесения покрытия в вакууме на поверхность гравюры штампа из жаропрочного никелевого сплава для горячей, преимущественно изотермической, штамповки в условиях сверхпластичности, включающем подготовку поверхности гравюры штампа и осаждение на подготовленную поверхность упрочняющего покрытия в отличие от прототипа подготовку поверхности гравюры

штампа осуществляют очисткой поверхности ионами Zr с нагревом поверхности и с имплантацией поверхностного слоя ионами Zr, затем осаждают подслоем из Zr, а покрытие осаждают с общей толщиной слоев от 8 до 30 мкм путем осаждения слоя из Zr, Cr, Nb или их сочетания в реакционной среде N, C, B или в их смеси при давлении от 10^{-3} до 10^{-4} мм рт.ст. либо путем чередования осаждения слоев из указанных металлов в вакууме при давлении от 10^{-4} до 10^{-9} мм рт.ст. с осаждением слоев из указанных металлов в упомянутой реакционной среде и проводят охлаждение до температуры 160-180°C при давлении в камере 10^{-3} Па.

Поставленная задача и указанный технический результат осуществляется также тем, что в способе ионно-плазменного нанесения покрытия в вакууме на поверхность гравюры штампа осаждают покрытие в виде чередующихся слоев, толщиной каждого слоя от 0,4 мкм до 2,5 мкм по следующим вариантам: Zr и ZrN; Zr, Cr и ZrN; Zr, Cr, Nb и ZrN; Zr, Cr, Nb и ZrN.

Способ осуществляется следующим образом. Промытую от загрязнений и подготовленную под нанесение покрытий в вакууме штамповую оснастку (пуансон, матрицу) помещают в вакуумную камеру ионно-плазменной установки. Покрываемые поверхности детали должны иметь шероховатость поверхности Ra 1,2-2,5 мкм. При визуальном осмотре поверхности должны иметь металлический блеск, не иметь следов окисления, загрязнений и других поверхностных дефектов. Перед нанесением покрытия рекомендуется провести виброабразивную обработку в среде порошка карбида кремния. Промывку можно осуществлять ультразвуковым методом в моющем растворе. Далее целесообразно промыть детали горячей (60°C - 90°C) водой, просушить в струе горячего воздуха и протереть этиловым спиртом. В связи с тем что пуансон и матрица закрытых штампов для изотермической штамповки в условиях сверхпластичности представляют собой сложнофасонную объемную форму, а используемый для формирования покрытия состав является многокомпонентным и, кроме того, напыляемым несколькими электродуговыми испарителями, то для обеспечения стабильности свойств поверхности пуансона и матрицы их целесообразно обрабатывать одновременно за одну загрузку. При этом расположение рабочих поверхностей пуансона и матрицы при нанесении покрытия должно обеспечивать получение однородного по толщине и свойствам покрытия. Для формирования покрытий на основе нитридов, боридов, карбидов и карбонитридов металлов необходимо обеспечивать температуру детали порядка 300°C - 400°C. Из-за значительной массы штамповой оснастки целесообразно осуществлять их предварительный нагрев в вакууме, например, за счет электронов плазмы, подачей положительного потенциала на деталь (возможен также нагрев штампа вне камеры установки, но такой нагрев менее предпочтителен).

Последовательность процесса ионно-плазменного нанесения покрытия может быть следующей.

Ионная очистка и легирование поверхности. Ионная очистка согласно предлагаемому способу проводится в целях удаления окислов, активации и нагрева обрабатываемой поверхности. При этом проводится совмещенное с ионной очисткой легирование поверхностного слоя ионами Zr. Ионная очистка проводится в вакууме 10^{-3} Па. При подаче электрического напряжения на деталь порядка 1000 В включают циркониевые электродуговые испарители. В таблице 1 приведены режимы ионной очистки штамповой оснастки из жаропрочных никелевых сплавов.

№	Покрытие	Ускоряющее напряжение на штампе, кВ	Ток дуги, А	Частота вращения штампа при ионно-плазменной обработке, мин ⁻¹	
1	ZrN	0,9-1,1	110-130	5-8	
2	ZrC			8-10	
3	ZrB			10-12	
4	ZrCN	0,9-1,0	110-130	5-8	
5	(Zr/Nb)N				
6	(Zr/Nb)C				
7	(Zr/Nb)CN				
8	(Zr/Nb)B			8-10	
9	(Zr/Nb)CB				
10	(Zr/Nb)BN				
11	(Zr/Nb+Cr)N			$\frac{110 - 130}{90 - 120} *$	5-8
12	(Zr/Nb+Cr)C				8-10
13	(Zr/Nb+Cr)B				10-12
14	(Zr/Nb+Cr)CB	5-8			
15	(Zr/Nb+Cr)CN				
16	(Zr/Nb+Cr)BN				
17	(Zr/Nb+Cr)CBN				

*В числителе ток дуги испарителя с Zr и Nb, в знаменателе ток дуги испарителя Cr.

Нанесение покрытий. После окончания процесса ионной очистки на деталь подается опорное напряжение, при этом электродуговые испарители продолжают работать, формируя подслоя (главным образом из Zr) заданной толщины. После нанесения подслоя в вакуумную камеру напускают реактивные газы требуемого состава и давления и поддерживают режимы нанесения покрытия в процессе всего формирования слоя. Затем, при необходимости нанесения следующих слоев чередуют их нанесение в вакууме или в реакционной среде (порядка $(3...5) \cdot 10^{-2}$ Па). После нанесения покрытия детали охлаждают в вакуумной камере до температуры 160°C - 180°C при давлении в камере 10^{-3} Па. В таблице 2 в качестве примера приведены основные технологические параметры процесса напыления. Толщины полученных на штампах покрытий составляли от 8 до 30 мкм. Также наносились покрытия как двуслойные, так и в виде чередующихся слоев, толщиной каждого слоя от 0,4 мкм до 2,5 мкм по следующим вариантам: Zr и ZrN; Zr, Cr и ZrN; Zr, Cr, Nb и ZrN; Zr, Cr, Nb и ZrN.

№	Вид покрытия	Давление реакционных газов, Па	Ток дуги, А	Ускоряющее напряжение на штампе, В	Температура штампа, °С	Повышение стойкости штампа, раз
1	ZrN	$(3-5) \cdot 10^{-1}$	110-130	170-180	350-400	2,1
2	ZrC				320-400	2,2
3	ZrB				350-400	2,3
4	ZrCN	$(5-8) \cdot 10^{-2}$			320-400	2,4

5	5	(Zr/Nb)N	(3-5)·10 ⁻¹	110 – 130 90 – 120	130-150	350-400	1,9
	6	(Zr/Nb)C					2,0
	7	(Zr/Nb)CN					(5-8)·10 ⁻²
	8	(Zr/Nb)B	(3-5)·10 ⁻¹			350-400	1,8
	9	(Zr/Nb)CB	(5-8)·10 ⁻²				1,9
	10	10	(Zr/Nb) BN			(5-8)·10 ⁻²	2,3
	11	(Zr/Nb+Cr)N	(3-5)·10 ⁻¹			2,0	
	12	(Zr/Nb+Cr)C				320-400	1,9
	13	(Zr/Nb+Cr)B				350-400	1,8
	14	(Zr/Nb+Cr)CB	1,7				
10	15	(Zr/Nb+Cr)CN	(5-8)·10 ⁻²	320-400	2,1		
	16	(Zr/Nb+Cr)BN		350-400	2,2		
	17	(Zr/Nb+Cr)CBN			2,0		

15 Как показали проведенные авторами исследования, нанесение на рабочие поверхности штамповой оснастки ионно-плазменных покрытий из карбидов и нитридов тугоплавких металлов позволяет приблизительно в 1,7-2,4 раза повысить стойкость штампов из жаропрочных никелевых сплавов (ЖС6-У, ЖС6-К) за счет снижения адгезионного взаимодействия материалов штампа и штампуемой детали, а также за счет резкого снижения процессов разупрочнение материала поверхностного слоя, возникающего в результате растворения γ' -фазы. Испытания проводились на образцах и натуральных штампах в производственных условиях при штамповке лопаток из титановых сплавов.

25 Результаты исследований процессов износа штамповой оснастки показали, что применение в способе ионно-плазменного нанесения покрытия в вакууме на поверхность гравюры штампа из жаропрочного никелевого сплава для горячей, преимущественно изотермической, штамповки в условиях сверхпластичности следующих приемов: подготовку поверхности гравюры штампа и осаждение на 30 подготовленную поверхность упрочняющего покрытия; подготовку поверхности гравюры штампа очисткой поверхности ионами Zr с нагревом поверхности и с имплантацией поверхностного слоя ионами Zr; осаждение подслоя из Zr; осаждение покрытия с общей толщиной слоев от 8 до 30 мкм путем осаждения: либо слоя из Zr, Cr, Nb или их сочетания в реакционной среде N, C, B или в их смеси при давлении от 35 10⁻³ до 10⁻⁴ мм рт.ст., либо путем чередования осаждения слоев из указанных металлов в вакууме при давлении от 10⁻⁴ до 10⁻⁹ мм рт.ст. с осаждением слоев из указанных металлов в упомянутой реакционной среде; проведение охлаждения до 40 температуры 160-180°С при давлении в камере 10⁻³ Па; осаждение покрытия в виде чередующихся слоев толщиной каждого слоя от 0,4 мкм до 2,5 мкм по следующим вариантам: Zr и ZrN; Zr, Cr и ZrN; Zr, Cr, Nb и ZrN; Zr, Cr, Nb и ZrN, позволяют достичь технического результата заявляемого изобретения - повышения износостойкости штампа в (1,7-2,4 раза) за счет решения задачи одновременного уменьшения 45 адгезионного взаимодействия между материалом штампа и штампуемой заготовкой и стабилизации γ' -фазы материала штампа.

Формула изобретения

50 1. Способ ионно-плазменного нанесения покрытия в вакууме на поверхность гравюры штампа из жаропрочного никелевого сплава для горячей, преимущественно изотермической, штамповки в условиях сверхпластичности, включающий подготовку поверхности гравюры штампа и осаждение на подготовленную поверхность упрочняющего покрытия, отличающийся тем, что подготовку поверхности гравюры

штампа осуществляют очисткой поверхности ионами Zr с нагревом поверхности и с имплантацией поверхностного слоя ионами Zr, затем осаждают подслоем из Zr, а покрытие осаждают с общей толщиной слоев от 8 до 30 мкм путем осаждения слоя из Zr, Cr, Nb или их сочетания в реакционной среде N, C, В или в их смеси при давлении от 10^{-3} до 10^{-4} мм рт.ст., или путем чередования осаждения слоев из указанных металлов в вакууме при давлении от 10^{-4} до 10^{-9} мм рт.ст. с осаждением слоев из указанных металлов в упомянутой реакционной среде и проводят охлаждение до температуры 160-180°C при давлении в камере 10^{-3} Па.

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что осаждают покрытие в виде чередующихся слоев Zr и ZrN толщиной каждого слоя от 0,4 мкм до 2,5 мкм.

3. Способ по п.1, отличающийся тем, что осаждают покрытие в виде чередующихся слоев Zr, Cr и ZrN толщиной каждого слоя от 0,4 мкм до 2,5 мкм.

4. Способ по п.1, отличающийся тем, что осаждают покрытие в виде чередующихся слоев Zr, Cr, Nb и ZrN толщиной каждого слоя от 0,4 мкм до 2,5 мкм.

5. Способ по п.1, отличающийся тем, что осаждают покрытие в виде чередующихся слоев Zr, Cr, Nb и ZrNbN толщиной каждого слоя от 0,4 мкм до 2,5 мкм.