



República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(21) PI 0719163-4 A2



(22) Data de Depósito: 02/10/2007
(43) Data da Publicação: 04/02/2014
(RPI 2248)

(51) Int.Cl.:
C23C 28/00
C23C 28/04
C23C 14/06

(54) Título: REVESTIMENTO, MÉTODO PARA A PRODUÇÃO DE UM REVESTIMENTO SOBRE UM SUBSTRATO, E, ARTIGO REVESTIDO COM UM REVESTIMENTO.

(57) Resumo:

(30) Prioridade Unionista: 13/09/2007 US 11/900683, 02/10/2006 US 60/848367, 02/10/2006 US 60/848367

(73) Titular(es): Praxair S.T. Technology, INC.

(72) Inventor(es): Albert Feuerstein, Thomas Albert

(74) Procurador(es): Momsen, Leonardos & CIA.

(86) Pedido Internacional: PCT US2007021190 de 02/10/2007

(87) Publicação Internacional: WO 2008/042391 de 10/04/2008



“REVESTIMENTO, MÉTODO PARA A PRODUÇÃO DE UM REVESTIMENTO SOBRE UM SUBSTRATO, E, ARTIGO REVESTIDO COM UM REVESTIMENTO”

Campo da Invenção

5 Esta invenção refere-se a revestimentos em multicamada resistentes à erosão, por exemplo, de nitreto de titânio, a métodos para a produção dos revestimentos em multicamada resistentes à erosão sobre um substrato e a artigos que foram revestidos com os revestimentos em multicamada resistentes à erosão, tais como lâminas de rotor de compressor de turbina a gás e
10 hélices de estator. Os revestimentos em multicamada resistentes à erosão desta invenção exibem uma melhor resistência à erosão na redução do tamanho de erosão em pontos causada por ataque de partículas grandes.

Fundamento da Invenção

15 A resistência contra o desgaste por erosão está normalmente relacionada à dureza do membro a sofrer desgaste. Alguns artigos são sujeitos a erosão por partícula sólida em que partículas de vários tamanhos e durezas são projetadas a vários ângulos contra a superfície dos artigos. Por exemplo, um veículo trafegando no deserto durante uma tempestade de vento irá encontrar partículas sólidas de vários tamanhos de areia passando a várias velocidades e
20 atingindo o veículo. Se o tamanho das partículas for grande e a velocidade das partículas for alta, o revestimento do veículo podia ser quebrado ou perfurado.

25 Em turbomáquinas que operam em um ambiente de pó, esta erosão por partículas sólidas é um problema sério. Revestimentos de vapor físico e químico de vapor depositado, tais como revestimentos de nitreto de titânio e revestimentos de nitreto de zircônio, têm sido usados para fornecer uma camada protetora que tenha boas características de dureza. Foi descoberto que estes revestimentos têm boa resistência à erosão, a partículas de Al_2O_3 e de SiO_2 tanto a ângulos de alto como de baixo impacto. Embora estes revestimentos tenham características de grande dureza, eles exibem um

comportamento inerentemente sensível e a sua resistência à erosão sob impacto normal diminui acentuadamente com o aumento da dureza e do tamanho da partícula do agente de erosão.

5 Tem sido observado que o impacto dinâmico de agentes de erosão de partícula sólida sobre uma superfície revestida de um artigo pode formar rachaduras laterais e/ou medianas ao redor do local do impacto. As rachaduras medianas são responsáveis pela degradação da resistência do material ao passo que as rachaduras laterais, que crescem do centro do impacto paralelo à superfície do substrato e então se propagam através da
10 superfície do revestimento, são responsáveis pela maior parte da perda de material durante a erosão por impacto de partículas. Esta erosão por impacto de partículas sólidas destes revestimentos a um ângulo de impacto de 90° é devida principalmente à fratura com pouca ou nenhuma deformação plástica.

15 Os revestimentos finos são mais suscetíveis à formação de lascas e à exposição do substrato o que pode levar à ruptura prematura do artigo. Quando os revestimentos aplicados por técnicas convencionais foram expostos a impacto de partículas, geralmente resultam pequenos furos e/ou pontos de erosão lateral com formação de lascas no revestimento. Uma vez rachado o material do revestimento, um impacto adicional por partículas até
20 mesmo relativamente pequenas irá provocar sulcos ou ranhuras no material do revestimento. Em uma turbomáquina, esta formação de sulcos pode afetar bastante o desempenho global da turbomáquina.

Tenacidade e dureza são as propriedades dominantes que controlam o comportamento da erosão. Acredita-se que uma maior dureza
25 aumente a resistência à erosão tanto nos pequenos como nos grandes ângulos de choque ao passo que uma dureza maior reduz a vulnerabilidade à fratura com pouca ou nenhuma deformação plástica e aumenta acentuadamente a resistência à erosão a 90° . Um revestimento resistente à erosão precisa ser simultaneamente duro e rígido. No entanto, a dureza e a rigidez estão geralmente em oposição nos

materiais duros. Uma maior dureza está habitualmente associada à maior fragilidade. Foi descoberto que os materiais de composto duro em multicamada têm simultaneamente grande dureza e grande rigidez. A grande dureza é uma propriedade inerente aos compostos duros e a grande rigidez é atribuída à formação de um limite de interface coesivo ou parcialmente coesivo entre duas camadas diferentes de composto duro.

Verificou-se que os revestimentos resistentes à erosão convencionais podem ser usados para proteger lâminas e hélices de compressores contra a erosão por areia fina tais como pó fino de estrada AZ grosso com um tamanho da partícula mediano de aproximadamente 40 microns, um tamanho da partícula máximo de aproximadamente 170 microns e um tamanho da partícula mínimo de aproximadamente 0,85 microns. Ver, por exemplo, na Patente U.S. N°. 5.071.693 que descreve um substrato revestido com multicamada que tem boas características de resistência à erosão e/ou ao desgaste ao impacto de partícula sólida fina..

No entanto, revestimentos resistentes à erosão convencionais estão tendo um desempenho muito bom no caso de meios de erosão de partícula grande tal como areia Sakrete de 40 mesh com um tamanho da partícula mediano de 230 microns. Quando atingidos por erosão com meios de partícula grande, os revestimentos convencionais são fragmentados e são criados grandes pontos de corrosão. Subsequentemente, os meios de partícula fina podem atacar as bordas dos pontos de corrosão grandes e provocar a aceleração da erosão.

Continua a ser uma necessidade na técnica para revestimentos resistentes à erosão que têm bom desempenho no caso de meios de erosão com partícula tanto pequena como grande. Os revestimentos resistentes à erosão deviam ter um bom desempenho, por exemplo, no caso de meios de erosão de partícula grande tal como areia Sakrete de 40 mesh com um tamanho da partícula mediano de 230 microns.

Sumário da invenção

Esta invenção refere-se a um revestimento que compreende pelo menos 2 sistemas de subcamada em que cada sistema de subcamada está separado do outro por uma intercamada, em que (i) cada sistema de subcamada é o mesmo ou diferente e compreende pelo menos 4 camadas, (ii) as ditas camadas compreendem camadas alternadas de um composto contendo nitreto de composição estequiométrica e um composto contendo nitreto de composição não estequiométrica, (iii) cada sistema de subcamada tem uma espessura maior do que aproximadamente 0,4 microns e (iv) cada intercamada é a mesma ou diferente e compreende um composto contendo metal.

Esta invenção também se refere a um método para a produção de um revestimento sobre um substrato que compreende:

(a) colocar um substrato a ser revestido em uma câmara que contém um metal uma mistura de um metal alvo e de um gás que contém nitrogênio;

(b) evaporar o metal do metal alvo para produzir um vapor de metal para reagir com o nitrogênio na mistura gasosa que contém nitrogênio para formar uma camada que contém nitreto estequiométrico sobre o substrato;

(c) variar o teor de nitrogênio da mistura gasosa que contém nitrogênio e repetir a etapa (b) para formar uma camada que contém nitreto não estequiométrico sobre a camada que contém nitreto estequiométrico da etapa (b);

(d) variar o teor de nitrogênio da mistura gasosa que contém nitrogênio e repetir a etapa (b) para formar uma camada que contém nitreto estequiométrico sobre a camada que contém nitreto não estequiométrico da etapa (c);

(e) variar o teor de nitrogênio da mistura gasosa que contém nitrogênio e repetir a etapa (c) para formar uma camada que contém nitreto não estequiométrico sobre a camada que contém nitreto estequiométrico da etapa (d);

(f) repetir opcionalmente as etapas (b) e (c) para formar camadas alternativas adicionais que contenham nitreto estequiométrico e camadas que contenham nitreto não estequiométrico;

5 (g) evaporar o metal do metal alvo para produzir um vapor de metal para formar uma intercamada que contenha metal sobre a camada que contém nitreto não estequiométrico da etapa (e) ou (f), formando desse modo um primeiro sistema de subcamada que tem uma espessura maior do que em torno de 0,4 microns;

10 (h) repetir as etapas (b) - (g) para formar um segundo sistema de subcamada que tenha uma espessura maior do que em torno de 0,4 microns e

(i) opcionalmente repetir a etapa (h) para formar um ou mais outros sistemas de subcamadas cada uma tendo uma espessura maior do que em torno de 0,4 microns.

15 Esta invenção também se refere a um artigo revestido com um revestimento, o dito revestimento compreendendo pelo menos 2 sistemas de subcamadas em que cada sistema de subcamada está separado do outro por uma intercamada, em que (i) cada sistema de subcamada é o mesmo ou diferente e compreende pelo menos 4 camadas, (ii) as ditas camadas compreendem camadas alternativas de um composto contendo nitreto de composição estequiométrica e
20 um composto contendo nitreto de composição não estequiométrica, (iii) cada sistema de subcamada tem uma espessura maior do que em torno de 0,4 microns e (iv) cada intercamada é a mesma ou diferente e compreende um composto contendo metal. [0013] Os revestimentos resistentes à erosão desta invenção têm bom desempenho no caso de meios de erosão tanto de partícula pequena como
25 de partícula grande. Particularmente, os revestimentos resistentes à erosão desta invenção têm bom desempenho no caso de meios de erosão de partícula grande tal como areia Sakrete de 40 mesh com um tamanho da partícula mediano de 230 microns. Os revestimentos desta invenção têm resistência à erosão desejada à erosão com pequena partícula combinada com a resistência à erosão desejada à

erosão com partícula grande e também oferecem vantagens significativas de custo.

Breve Descrição dos Desenhos

5 A Fig. 1 é uma fotografia que apresenta a progressão da erosão em um revestimento com maior dose de erosão com partícula grande da esquerda para a direita em aumento. [0015] A Fig 2 é uma fotografia que apresenta a formação de defeito no revestimento na Fig. 1 a um aumento maior (50 x) .

10 A Fig. 3 é uma representação de um sistema de revestimento designado como 24k do Tipo 2 (revestimento em multicamada de TiN com camadas alternadas estequiométrica e subestequiométrica (TiN /TiN[I-X]) e um sistema de revestimento designado como 24k do Tipo 4 (revestimento em multicamada de TiN com camadas alternadas completamente estequiométrica e subestequiométrica (TiN /TiN[1-x] interrompidas por intercamadas de
15 titânio) .

A Fig 4 é uma coleção de fotografias que apresentam uma comparação de erosão com partícula grande para revestimentos 24kTipo 4 e 24kTipo 2 do Exemplo 2.

Descrição Detalhada da Invenção

20 Como indicado acima, esta invenção refere-se a um revestimento que compreende pelo menos 2 sistemas de subcamada em que cada sistema de subcamada é separado do outro por uma intercamada, em que (i) cada sistema de subcamada é o mesmo ou diferente e compreende pelo menos 4 camadas, (ii) as ditas camadas compreendem camadas alternadas de
25 um composto contendo nitreto de composição estequiométrica e de um composto contendo nitreto de composição não estequiométrica, (iii) cada sistema de subcamada tem uma espessura maior do que em torno de 0,4 microns e (iv) cada intercamada é a mesma ou diferente e compreende um composto contendo metal.

Os revestimentos desta invenção melhoram resistência à erosão com meios de partícula maior. Isto é realizado dividindo o revestimento pelo menos 2, de preferência 3 ou mais, sistemas de subcamada, cada sistema de subcamada tendo uma espessura maior do que em torno de 0,4 microns. Os sistemas de subcamada são separados um do outro por metal puro, por exemplo, intercamadas de titânio. As intercamadas de metal dúctil, por exemplo, de titânio, agem como uma camada de acomodação para reduzir a progressão lateral da corrosão em pontos e assim promover a coesão do sistema de subcamada subjacente.

No caso de impacto por uma partícula grande, apenas a camada superior do revestimento dividido iria ser perfurada e descolada, o que em caso de se usar 3 sistemas de subcamadas basicamente triplica a duração do revestimento de um ponto de vista da probabilidade. Uma vez removido o sistema de subcamada superior, um outro impacto por uma partícula grande pode atacar a subcamada subjacente.

Este efeito de “descascamento igual a uma cebola” é apresentado na Fig 1. Um jato provocador de erosão não uniforme atinge a extremidade traseira de um aerofólio. A progressão dos danos por erosão é claramente observada na Fig. 1.

Esta inicia com pontos de corrosão isolados que penetram no primeiro sistema de subcamada. Com dose progressiva de formação de erosão, o diâmetro do orifício é expandido e finalmente a primeira camada é eliminada por erosão. Então, conseqüentemente, a segunda e a terceira subcamadas são eliminadas por erosão. De um ponto de vista da probabilidade de impacto, a vida do revestimento pode ser amplamente prolongada. Basicamente, a duração de vida do revestimento é prolongada por um fator de N em que N é o número de sistemas de subcamadas do qual é composto o revestimento. A Fig. 2 apresenta a formação de defeitos (padrão de erosão depois de 500 gramas de areia de Sakrete) a um aumento maior. Na

Fig. 2, é visível o início da deslaminação do revestimento na camada de topo e o crescimento progressivo do defeito (descascamento) para as camadas inferiores.

Em uma modalidade, o método para a produção de um revestimento sobre um substrato desta invenção usa apenas um material de evaporação para produzir as camadas de revestimento de cerâmica e as intercamadas de metal. Ele também usa uma arquitetura de sistema de revestimento que tem uma resistência desejada à erosão de meios médios (AZ Road Dust) . Desse modo, os revestimentos desta invenção apresentam uma resistência à erosão desejada à erosão por pequena partícula combinada com resistência à erosão desejada à erosão por partícula grande e também significativas vantagens em relação ao custo.

A economia de revestimento de um processo de revestimento com um único material é muito melhor do que a economia de um processo de multimateriais convencional, porque todos os catodos podem ser usados simultaneamente. No caso do método multimaterial, pode ser usada apenas parte dos catodos, dependendo dos requisitos da camada de revestimento. Esta última também limita a velocidade máxima de deposição para uma da configuração do equipamento. Além disso, o custo do equipamento é maior por causa dos evaporadores adicionais. Desse modo, o método de revestimento desta invenção é um método de revestimento eficaz em relação ao custo.

Os revestimentos desta invenção incluem pelo menos 2 sistemas de subcamada, de preferência pelo menos 3 sistemas de subcamada e mais preferivelmente pelo menos 5 sistemas de subcamadas. Cada sistema de subcamada inclui pelo menos 4 camadas, de preferência pelo menos 6 camadas e mais preferivelmente pelo menos 10 camadas. Mais camadas, por exemplo, 16 e mais, também podem ser úteis para certas aplicações.

Nos revestimentos desta invenção, o sistema de subcamadas

compreende camadas alternadas de um composto contendo nitreto de composição estequiométrica e um composto contendo nitreto de composição não estequiométrica. Os compostos que contêm nitreto de composição estequiométrica podem ser selecionados de uma ampla variedade de nitretos que incluem, porém não são limitados a, TiN, TiCN, TiZrN, TiZrCN, TiAlN e TiAlCN. De preferência, o composto contendo nitreto de composição estequiométrica é nitreto de titânio, nitreto de zircônio ou nitreto de titânio e alumínio.

Os compostos que contêm nitreto de composição não estequiométrica podem ser selecionados de uma ampla variedade de nitretos. De preferência o composto contendo nitreto de composição subestequiométrica que tem uma percentagem atômica de nitrogênio de desde aproximadamente 33% até aproximadamente 45%, de preferência de 39% a 42%.

O sistema de subcamadas dos revestimentos desta invenção são separados entre si por intercamadas de metal puro, por exemplo, de titânio. As intercamadas de metal dúctil, por exemplo, de titânio, agem como uma camada de acomodação para reduzir a progressão lateral da formação de pontos de corrosão e desse modo promover a coesão do sistema de subcamada subjacente. As intercamadas dos revestimentos desta invenção podem ser selecionadas de uma ampla variedade de compostos que contêm metal. Os compostos ilustrativos que contêm metais incluem titânio, zircônio e titânio alumínio.

Nos revestimentos desta invenção, pelo menos uma camada em cada sistema de subcamada pode conter pelo menos um aditivo selecionado entre titânio, ligas de titânio, zircônio e ligas de zircônio. Além disso, pelo menos uma camada em cada sistema de subcamada pode conter pelo menos um elemento selecionado entre alumínio, vanádio, molibdênio, nióbio, ferro, cromo e manganês.

Cada um dos sistemas de subcamadas em um revestimento desta invenção pode ter a mesma ou espessuras diferentes. Por exemplo, cada sistema de subcamada pode ter uma espessura maior do que em torno de 1 mícron, de preferência maior do que em torno de 5 mícrons e mais preferivelmente maior do que em torno de 10 mícrons. Cada camada do sistema de subcamadas pode ter a mesma ou espessuras diferentes. Por exemplo, cada camada pode ter uma espessura de aproximadamente 0,1 mícron ou mais, de preferência em torno de 1 mícron ou mais. Cada intercamada do sistema de subcamadas pode ter a mesma ou espessuras diferentes. Por exemplo, cada intercamada pode ter uma espessura de aproximadamente 0,1 mícron ou mais, de preferência em torno de 1 mícron ou mais.

A espessura da camada de um composto contendo nitreto de composição não estequiométrica é de preferência maior do que a espessura da camada de um composto contendo nitreto de composição estequiométrica. A espessura da intercamada é de preferência maior do que a espessura da camada de um composto contendo nitreto de composição estequiométrica. A intercamada e a camada de um composto contendo nitreto de composição não estequiométrica de preferência têm aproximadamente a mesma ou espessura similar.

Em uma modalidade, a proporção da espessura de uma camada de um composto contendo nitreto de composição não estequiométrica para a espessura de uma camada de um composto contendo nitreto de composição estequiométrica é de desde aproximadamente 1:1 até aproximadamente 20:1. A espessura total do revestimento pode estar na faixa de desde aproximadamente 5 até aproximadamente 50 mícrons ou maior, de preferência de desde aproximadamente 10 até aproximadamente 40 mícrons ou maior.

Como indicado acima, esta invenção também se refere a um

método para a produção de um revestimento sobre um substrato que compreende:

(a) colocar um substrato a ser revestido em uma câmara que contém um metal uma mistura de um metal alvo e de um gás que contém nitrogênio;

(b) evaporar o metal do metal alvo para produzir um vapor de metal para reagir com o nitrogênio na mistura gasosa que contém nitrogênio para formar uma camada que contém nitreto estequiométrico sobre o substrato;

(c) variar o teor de nitrogênio da mistura gasosa que contém nitrogênio e repetir a etapa (b) para formar uma camada que contém nitreto não estequiométrico sobre a camada que contém nitreto estequiométrico da etapa (b);

(d) variar o teor de nitrogênio da mistura gasosa que contém nitrogênio e repetir a etapa (b) para formar uma camada que contém nitreto estequiométrico sobre a camada que contém nitreto não estequiométrico da etapa (c);

(e) variar o teor de nitrogênio da mistura gasosa que contém nitrogênio e repetir a etapa (c) para formar uma camada que contém nitreto não estequiométrico sobre a camada que contém nitreto estequiométrico da etapa (d);

(f) repetir opcionalmente as etapas (b) e (c) para formar camadas alternativas adicionais que contenham nitreto estequiométrico e camadas que contenham nitreto não estequiométrico;

(g) evaporar o metal do metal alvo para produzir um vapor de metal para formar uma intercamada que contenha metal sobre a camada que contém nitreto não estequiométrico da etapa (e) ou (f), formando desse modo um primeiro sistema de subcamada que tem uma espessura maior do que em torno de 0,4 microns;

(h) repetir as etapas (b) - (g) para formar um segundo sistema de subcamada que tenha uma espessura maior do que em torno de 0,4 microns e

(i) opcionalmente repetir a etapa (h) para formar um ou mais outros sistemas de subcamadas cada uma tendo uma espessura maior do que em torno de 0,4 microns.

Em uma modalidade preferida, esta invenção refere-se a um método para a produção de um revestimento sobre um substrato que compreende:

(a) colocar um substrato a ser revestido em uma câmara que contém um titânio-alvo e uma mistura gasosa que contém nitrogênio;

(b) evaporar o titânio do titânio alvo para produzir um vapor de titânio para reagir com o nitrogênio na mistura gasosa que contém nitrogênio para formar uma camada que contém nitreto de titânio estequiométrico sobre o;

(c) variar o teor de nitrogênio da mistura gasosa que contém nitrogênio e repetir a etapa (b) para formar uma camada que contém nitreto de titânio não estequiométrico sobre a camada que contém nitreto de titânio estequiométrico da etapa (b);

(d) variar o teor de nitrogênio da mistura gasosa que contém nitrogênio e repetir a etapa (b) para formar uma camada que contém nitreto de titânio estequiométrico sobre a camada que contém nitreto de titânio não estequiométrico da etapa (c);

(e) variar o teor de nitrogênio da mistura gasosa que contém nitrogênio e repetir a etapa (c) para formar uma camada que contém nitreto de titânio não estequiométrico sobre a para formar uma camada que contém nitreto de titânio estequiométrico da etapa (d);

(f) repetir opcionalmente as etapas (b) e (c) para formar camadas alternativas adicionais que contenham nitreto estequiométrico e camadas que contenham nitreto não estequiométrico;

(g) evaporar o titânio do titânio alvo para produzir um vapor de titânio para formar uma intercâmara que contenha titânio sobre a camada que contém nitreto de titânio não estequiométrico da etapa (e) ou (f), formando desse modo um primeiro sistema de subcamada que tem uma
5 espessura maior do que em torno de 0,4 microns;

(h) repetir as etapas (b) - (g) para formar um segundo sistema de subcamada que tenha uma espessura maior do que em torno de 0,4 microns e

(i) opcionalmente repetir a etapa (h) para formar um ou mais outros sistemas de subcamadas cada uma tendo uma espessura maior do que
10 em torno de 0,4 microns.

Em uma modalidade preferida, a etapa (i) é repetida até que seja produzido o dito revestimento que tenha pelo menos 3 sistemas de subcamadas com até aproximadamente 8 camadas em cada sistema de subcamada.

A mistura gasosa que contém nitrogênio podia ser de argônio-nitrogênio, criptônio-nitrogênio; hélio-nitrogênio; xenônio-nitrogênio, neônio-nitrogênio ou similares. De preferência, a mistura gasosa que contém
15 nitrogênio é de argônio e nitrogênio.

Os revestimentos desta invenção podem ser aplicados a uma variedade de substratos. Os substratos ilustrativos incluem aqueles
20 selecionados entre titânio, aço, alumínio, níquel, cobalto e ligas dos mesmos. De preferência, os revestimentos são aplicados ao dito substrato por deposição física de vapor. Os ilustrativos incluem, por exemplo, lâminas de rotor de compressor de turbina a gás ou hélices de estator.

Os revestimentos em multicamada desta invenção podem ser
25 depositados pela utilização de técnicas de processo convencionais tais como deposição química de vapor e deposição física de vapor tais como processos de arco, bombardeamento com magnetron dc e rf, revestimento com íon reativo e similares. A variação da proporção de nitrogênio para titânio para as camadas lamelares alternadas irão interromper o processo de crescimento do

grão do composto do revestimento de modo que o tamanho do grão do composto não seja maior do que a espessura das camadas individuais.

A camada que contém menos do que 33 por cento atômico de nitrogênio será relativamente reativo e suscetível à combustão durante o impacto da partícula sólida. A camada que contém mais do que 50 por cento atômico de nitrogênio terá geralmente um esforço de compressão relativamente alto e será propensa a formação de lascas laterais.

Um revestimento preferido compreenderia uma camada de nitreto de titânio que tem uma composição estequiométrica alternando-se com uma camada de nitreto de titânio que tem uma composição subestequiométrica, por exemplo, uma percentagem atômica de nitrogênio de 33% até 45%, com intercamadas de titânio metálico. O nitreto de titânio com as faixas acima de nitrogênio pode ter a mesma orientação e estrutura cristalográfica com uma pequena diferença nos espaçamentos da rede de modo que se possa esperar que as interfaces coesivas entre as camadas produzam uma característica de grande tenacidade.

A dureza e a tenacidade de um revestimento em multicamada estão intimamente relacionadas às composições e aos espaçamentos das camadas . A espessura da camada individual e a espessura total do revestimento em multicamada depende das aplicações específicas. Para aplicações em sistemas que requerem alta tenacidade, a camada com o menor teor de nitrogênio devia ser de desde 1 até 20 vezes mais espessa do que a camada que contém o mais alto teor de nitrogênio. Uma espessura global do revestimento de desde 5 microns até 30 microns de espessura é geralmente adequada para a maioria das aplicações em erosão.

A deposição física de vapor em uma câmara para aplicação de revestimento pode ser conduzida por métodos convencionais conhecidos na técnica. Ver, por exemplo, a Patente U.S. N°. 5.071.693, cuja divulgação é aqui incorporada como referência. Os sistemas ilustrativos de revestimento

resistente à erosão que podem ser usados com as instalações desta invenção incluem TiN, TiCN, TiZrN, TiZrCN, TiAlN, TiAlCN e similares. A deposição física de vapor pode ser usada para aplicar os revestimentos resistentes à erosão por evaporação ou bombardeamento, por exemplo, por evaporação com arco catódico, por evaporação com feixe de elétrons reativos no catodo oco, por bombardeamento e similares.

Em uma modalidade, pode ser usada uma instalação no método de aplicação de revestimento desta invenção como descrito no Pedido de Patente U.S. Nº. de série 11/446.380, depositado em 6 de junho de 2006, que é aqui incorporado como referência. A instalação compreende:

Uma estrutura para suporte que compreende um membro base circular, um membro de topo circular oposta ao membro base circular e um grande número de membros estruturais que associam o dito membro de topo ao dito membro base;

Um grande número de membros de painel alinhados em uma direção vertical ao redor da periferia externa da dita estrutura de suporte formando uma estrutura cilíndrica, os ditos membros de painel presos sobre o dito membro de topo circular e sobre o dito membro base circular;

Os ditos membros de painel incluindo um grande número de aberturas para manter os membros de trabalho aos quais deve ser aplicado um revestimento, as ditas aberturas afastando-se para fora da dita estrutura de suporte e as ditas aberturas configuradas para receber uma parte dos ditos membros de trabalho que não requerem revestimento;

Os ditos membros de painel que compreendem um grande número de membros de placa, pelo menos algumas dos ditos membros de placa fornecendo uma barreira para segregar o volume interno das ditas aberturas do volume externo para as ditas aberturas e para prender os ditos membros de trabalho nas ditas aberturas e

As ditas aberturas posicionadas sobre os ditos membros de

painel de modo que os ditos membros de trabalho estejam alinhados em uma direção vertical e uma parte dos membros de trabalho que requer revestimento se estende para dentro do volume externo para as ditas aberturas e uma parte dos membros de trabalho que não requer revestimento é mantida dentro do volume interno das ditas aberturas, de modo que não haja essencialmente comunicação direta entre o volume interno das aberturas e o volume externo das aberturas através da dita barreira.

Adicionalmente, como descrito na Publicação do Pedido de Patente U.S. N°. , o método para revestimento desta invenção pode simultaneamente revestir um grande número de membros de trabalho:

fornecendo uma instalação que compreende:

uma estrutura de suporte que compreende um membro base circular, um membro de topo circular em oposição ao membro base circular e um grande número de membros que associam o dito membro de topo ao dito membro de base;

um grande número de membros de painel alinhados em uma direção vertical ao redor da periferia externa da dita estrutura de suporte que forma uma estrutura como cilindro, os ditos membros de painel presos sobre o dito membro de topo circular e o dito membro de base circular;

os ditos membros de painel incluindo um grande número de aberturas para manter os membros de trabalho aos quais precisa ser aplicado um revestimento, as ditas aberturas afastando-se para fora da dita estrutura de suporte e as ditas aberturas configuradas para receber uma parte dos ditos membros de trabalho que não requerem revestimento;

os ditos membros de painel que compreendem um grande número de membros de placa, pelo menos algumas dos ditos membros de placa fornecendo uma barreira para segregar o volume interno das ditas aberturas do volume externo às ditas aberturas e para prender os ditos membros de trabalho nas ditas aberturas e

as ditas aberturas posicionadas sobre os ditos membros de painel de modo que os ditos membros de trabalho estejam alinhados em uma direção vertical e uma parte dos membros de trabalho que requer revestimento se estende no volume externo para as ditas aberturas e uma parte dos

5 membros de trabalho que não requer revestimento é mantida dentro do volume interno das ditas aberturas de modo que não haja essencialmente comunicação direta entre o volume interno das aberturas e o volume externo das aberturas através da dita barreira;

(ii) carregar e prender os membros de trabalho nas ditas

10 aberturas dos ditos membros de painel;

(iii) posicionar a dita instalação sobre um sistema de acionamento giratório em uma câmara de revestimento que tem uma fonte de material para revestimento e

(iv) operar o sistema de acionamento para fazer com que a

15 instalação gire e simultaneamente aplique o revestimento por deposição física de vapor naquela parte dos ditos membros de trabalho que se estende para o volume externo das ditas aberturas.

Como também indicado acima, esta invenção refere-se a artigos revestidos com os revestimentos desta invenção, os ditos

20 revestimentos compreendendo pelo menos 2 sistemas de subcamadas em que cada sistema de subcamada está separado do outro por uma intercamada, em que (i) cada sistema de subcamada é o mesmo ou diferente e compreende pelo menos 4 camadas, (ii) as ditas camadas compreendem camadas alternadas de um composto contendo nitreto de composição estequiométrica e de um

25 composto contendo nitreto de composição não estequiométrica,

(iii) cada sistema de subcamada tem uma espessura maior do que em torno de 0,4 microns e (iv) cada intercamada é a mesma ou diferente e compreende um composto contendo metal.

Artigos revestidos ilustrativos incluem, por exemplo, lâminas de

rotor de compressor de turbina a gás e hélices de estator. Para tais aplicações, os revestimentos resistentes à erosão desta invenção têm bom desempenho no caso de meios de erosão tanto de partícula pequena como grande, particularmente, no caso de meios de erosão de partícula grande tal como areia de Sakrete de 40 mesh com um tamanho da partícula mediano de 230 microns. Como os revestimentos desta invenção possuem resistência desejada à erosão com partícula pequena combinada com resistência desejada à erosão com partícula grande, os artigos revestidos desta invenção podem variar bastante.

Em algumas aplicações, pode ser aconselhável que se tenha uma primeira camada relativamente espessa do composto contendo nitreto para suportar multicamadas subsequentes do revestimento e/ou uma camada de topo espessa para fornecer uma superfície de topo mais dura .

Várias modificações e variações desta invenção serão óbvias para um perito na técnica e está entendido que tais modificações e variações sejam incluídos dentro do alcance deste pedido de patente e do espírito e âmbito das reivindicações.

Exemplo 1

Revestimentos em multicamada de nitreto de titânio são depositados sobre substratos de Ti 6Al -4V usando-se um método de evaporação de arco por deposição física de vapor. Antes da deposição, a câmara de deposição física é evacuada a uma pressão abaixo de 7×10^{-4} Pa e então recheada com argônio a 0,7 Pa. O substrato a ser revestido é borrifado para remover contaminantes na superfície. Subsequentemente, um arco de corrente contínua é ativado através de um catodo de titânio e uma câmara que age como um anodo para evaporar Ti do catodo de Ti em uma mistura gasosa de Ar-N₂ a uma pressão global entre 1,3 e 4,8 Pa. O valor de Ti ionizado reage com os íons de N₂ e então forma revestimentos de nitreto de titânio sobre os substratos. A estrutura do revestimento em camadas é formada alterando as vazões de nitrogênio N₂ gasoso durante a deposição. Tipicamente, o revestimento consiste de uma estrutura

lamelar de camadas de nitreto A e B alternadas em que a camada A é de composição estequiométrica e a camada B é de composição não estequiométrica. A espessura da camada B é maior do que a da camada A.

As propriedades de erosão dos revestimentos em multicamada sobre as amostras de Ti-6Al-4V de 1,5 x 25 x 50mm são determinadas por impacto com partículas de areia angulares de Sakrete a ângulos de impacto de 20° e 90°. A aparelhagem do teste é ajustada de acordo com as diretrizes recomendadas da American Society of Testing Materials, ASTM G 76-83. É usado ar comprimido com uma pressão de 276 kPa para arrastar partículas de areia de Sakrete com um tamanho nominal da partícula de 230 microns através de um bocal de alumina com 5 milímetros de diâmetro. A distância do bocal para o corpo de prova é mantida em 100 milímetros. Geralmente, a taxa de erosão é medida em termos da perda de peso do revestimento por unidade de grama do agente de erosão usado no teste.

15 Exemplo 2

Revestimentos em multicamada de nitreto de titânio foram depositados sobre substratos de Ti 6Al -4V usando-se um método de evaporação de arco por deposição física de vapor similar ao Exemplo 1. Um sistema de revestimento designado como 24kTipo 2 é um revestimento em multicamada de TiN com camadas alternadas completamente estequiométricas e subestequiométricas ($\text{TiN} / \text{TiN}[\text{I-X}]$). O outro sistema de revestimento designado como 24kTipo 4 é um revestimento em multicamada de TiN com camadas alternadas completamente estequiométricas e subestequiométricas ($\text{TiN} / \text{TiN} [1-x]$) interrompidas por intercamadas de titânio. Ver a Fig. 3 para uma representação do sistema de revestimento designado como 24kTipo 2 e do sistema de revestimento do 24kTipo 4. Na Fig. 3, as camadas A' são de menor espessura e são camadas estequiométricas (TiN) e as camadas B são de maior espessura e são camadas subestequiométricas ($\text{TiN}[\text{I-X}]$). As intercamadas do sistema de revestimento 24kTipo 4 são camadas de Ti puras e são

aproximadamente da mesma espessura que as B são subestequiométricas.

As propriedades de erosão do sistema de revestimento 24kTipo 2 e do sistema de revestimento 24kTipo 4 sobre painéis de erosão IN718 revestidos e oxidados por ar foram determinados à temperatura ambiente por impacto com partículas de areia angulares de Sakrete (40 mesh) a um ângulo de impacto de 20°. Os parâmetros de jato estavam de acordo com QCI G- 168. Para revelar um eventual impacto negativo da oxidação de Ti sobre a erosão, foi realizada uma oxidação com ar a 500-550° C durante 8 horas. Os resultados da erosão são apresentados na Tabela 1 a seguir.

10 Tabela 1

Revestimento	Massa de agente de erosão (g)	Taxa de erosão Ti64 Linha base (x 10 ⁻⁶)	Comentário
24Tipo 4			
24Tipo 4 20 microns sobre painel de erosão IN718	250	14,8	
24Tipo 4 20 microns sobre painel de erosão IN718	250 plus (500 total)	54,4	Corta caminho parcial
24Tipo 4 20 microns sobre painel de erosão IN718	250	18	
24Tipo 4 20 microns sobre painel de erosão IN718	250 plus (500 total)	22	corta caminho parcial
24Tipo 4 - oxidado			
24Tipo 4 20 microns sobre painel de erosão IN718 oxidado	250	26	Corta caminho parcial
24Tipo 4 20 microns sobre painel de erosão IN718 oxidado	250 plus (500 total)	44	Corta caminho parcial
24Tipo 2 dados de referência			
24Tipo 2 – 15 – 20 microns sobre painel de erosão IN718 – revestimento de linha base	100	342	Caminho parcial
24Tipo 2 – 15 – 20 microns sobre painel de erosão IN718 – revestimento de linha base	500	238,4	Caminho parcial

Os dados confirmam a superioridade de 24kType 4 em relação a 24kType 2 no caso de erosão com partícula grande (areia de Sakrete 40

mesh) . Além disso, não há prova de um efeito adverso de uma exposição ao ar a longo termo a temperaturas elevadas. Ver a Fig. 4 para a aparência das amostras que sofreram erosão. A superioridade de 24kType 4 em relação a 24kType 2 no caso de erosão com partícula grande (areia de Sakrete 40 mesh) é claramente visível.

REIVINDICAÇÕES

1. Revestimento, caracterizado pelo fato de que compreende pelo menos dois sistemas de subcamadas em que cada sistema de subcamada é separado do outro por uma intercamada, em que (i) cada sistema de subcamada é o mesmo ou diferente e compreende pelo menos quatro camadas, (ii) as ditas camadas compreendem camadas alternadas de um composto contendo nitreto de composição estequiométrica e um composto contendo nitreto de composição não estequiométrica, (iii) cada sistema de subcamada tem uma espessura maior do que aproximadamente 0,4 microns e (iv) cada intercamada é a mesma ou diferente e compreende um composto contendo metal.

2. Revestimento de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que compreende pelo menos três ou cinco sistemas de subcamadas e em que cada sistema de subcamada compreende pelo menos seis, dez ou dezesseis camadas.

3. Revestimento de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o composto contendo nitreto de composição estequiométrica é selecionado entre TiN, TiCN, TiZrN, TiZrCN, TiAlN e TiAlCN.

4. Revestimento de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o composto contendo nitreto de composição não estequiométrica tem uma percentagem atômica de nitrogênio de desde aproximadamente 33% até aproximadamente 45%.

5. Revestimento de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o composto contendo metal é titânio, zircônio ou titânio alumínio.

6. Revestimento de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a proporção da espessura da dita camada de um composto contendo nitreto de composição não estequiométrica para a

espessura da dita camada de um composto contendo nitreto de composição estequiométrica é de desde aproximadamente 1:1 até aproximadamente 20:1.

5 7. Revestimento de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que pelo menos uma camada em cada sistema de subcamada contém pelo menos um aditivo selecionado entre titânio, ligas de titânio, zircônio e ligas de zircônio ou pelo menos uma camada em cada sistema de subcamada contém pelo menos um elemento selecionado entre alumínio, vanádio, molibdênio, nióbio, ferro, cromo e manganês.

10 8. Revestimento de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que cada sistema de subcamada tem uma espessura maior do que em 1 micron, cada camada tem uma espessura de aproximadamente 0,1 micron ou maior ou de aproximadamente 1 micron ou maior, cada intercamada tem uma espessura de aproximadamente 0,1 micron ou maior ou de aproximadamente 1 micron ou maior e em que a espessura total do revestimento é de desde aproximadamente 5 até aproximadamente 50 microns ou maior ou de desde aproximadamente 10 até aproximadamente 40 microns ou maior.

20 9. Revestimento de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a espessura da dita camada de um composto contendo nitreto de composição não estequiométrica é maior do que a espessura da dita camada de um composto contendo nitreto de composição estequiométrica e a espessura da dita intercamada é maior do que a espessura da dita camada de um composto contendo nitreto de composição estequiométrica.

25 10. Método para a produção de um revestimento sobre um substrato, caracterizado pelo fato de que compreende:

(a) colocar um substrato a ser revestido em uma câmara que contém um metal alvo e uma mistura gasosa que contém nitrogênio;

(b) evaporar o metal do metal alvo para produzir um vapor de

metal para reagir com o nitrogênio na mistura gasosa que contém nitrogênio para formar uma camada que contém nitreto estequiométrico sobre o substrato;

5 (c) variar o teor de nitrogênio da mistura gasosa que contém nitrogênio e repetir a etapa (b) para formar uma camada que contém nitreto não estequiométrico sobre a camada que contém nitreto estequiométrico da etapa (b);

10 (d) variar o teor de nitrogênio da mistura gasosa que contém nitrogênio e repetir a etapa (b) para formar uma camada que contém nitreto estequiométrico sobre a camada que contém nitreto não estequiométrico da etapa (c);

15 (e) variar o teor de nitrogênio da mistura gasosa que contém nitrogênio e repetir a etapa (c) para formar uma camada que contém nitreto não estequiométrico sobre a camada que contém nitreto estequiométrico da etapa (d);

(f) repetir opcionalmente as etapas (b) e (c) para formar camadas alternativas adicionais que contenham nitreto estequiométrico e camadas que contenham nitreto não estequiométrico;

20 (g) evaporar o metal do metal alvo para produzir um vapor de metal para formar uma intercamada que contenha metal sobre a camada que contém nitreto não estequiométrico da etapa (e) ou (f), formando desse modo um primeiro sistema de subcamada que tem uma espessura maior do que em torno de 0,4 microns;

25 (h) repetir as etapas (b) - (g) para formar um segundo sistema de subcamada que tenha uma espessura maior do que em torno de 0,4 microns; e

(i) opcionalmente repetir a etapa (h) para formar um ou mais outros sistemas de subcamadas cada uma tendo uma espessura maior do que em torno de 0,4 microns.

11. Método de acordo com a reivindicação 10, caracterizado pelo fato de que o dito substrato é selecionado entre titânio, aço, alumínio, níquel, cobalto e ligas dos mesmos e é revestido por deposição física de vapor.

5 12. Método de acordo com a reivindicação 10, caracterizado pelo fato de que o dito substrato compreende uma lâmina de rotor de compressor de turbina a gás ou uma hélice de estator.

10 13. Artigo revestido com um revestimento, caracterizado pelo fato de que compreende pelo menos dois sistemas de subcamadas em que cada sistema de subcamada está separado do outro por uma intercamada, em que (i) cada sistema de subcamada é o mesmo ou diferente e compreende pelo menos quatro camadas, (ii) as ditas camadas compreendem camadas alternadas de um composto contendo nitreto de composição estequiométrica e um composto contendo nitreto de composição não estequiométrica, (iii) cada sistema de subcamada tem uma espessura maior do que aproximadamente 0,4 microns e (iv) cada intercamada é a mesma ou diferente e compreende um composto contendo metal.

15 14. Artigo de acordo com a reivindicação 13, caracterizado pelo fato de que compreende uma lâmina de rotor de compressor de turbina a gás ou uma hélice de estator.

20

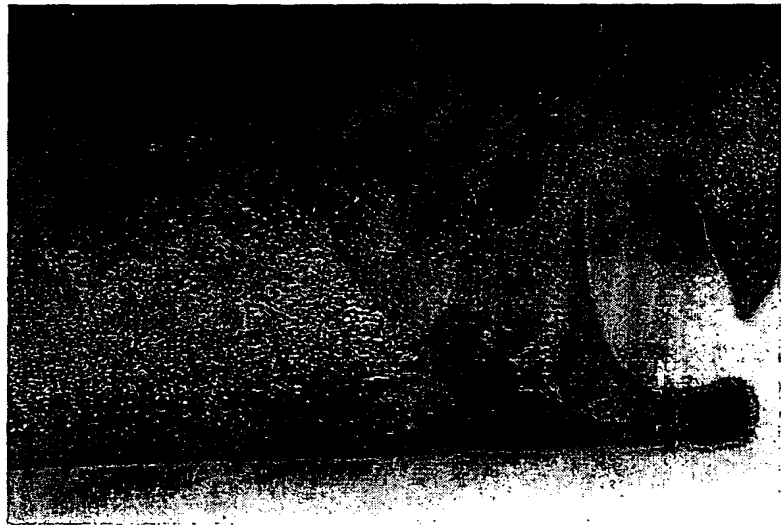


FIG. 1

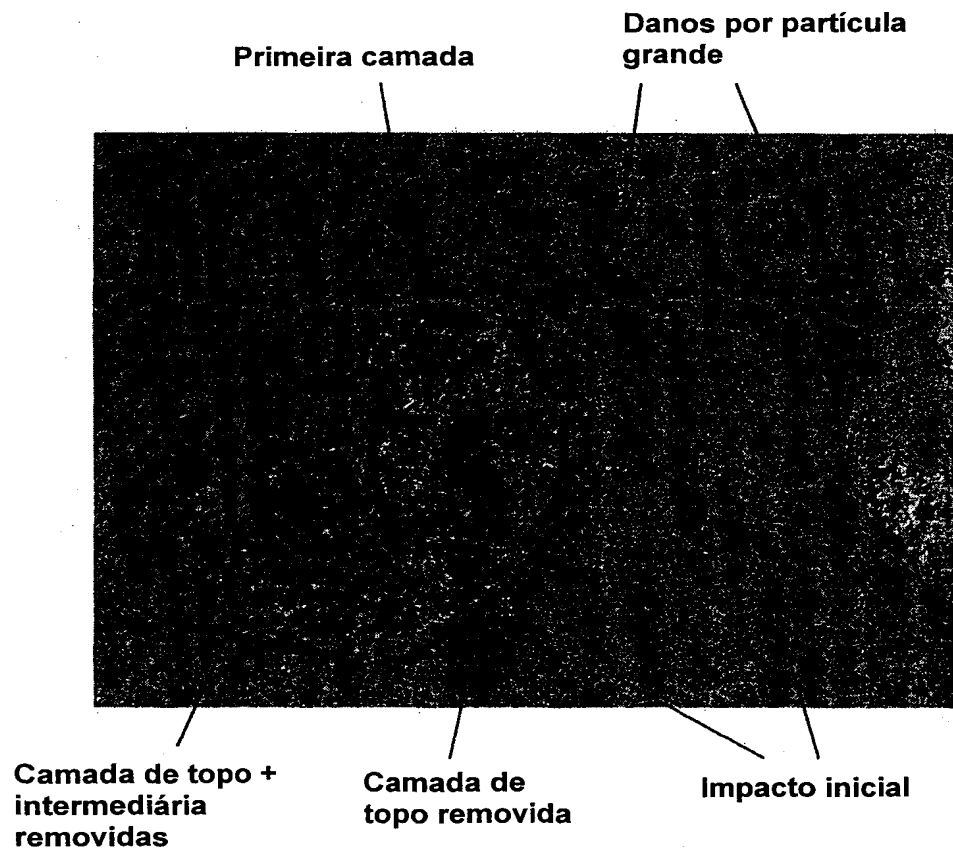
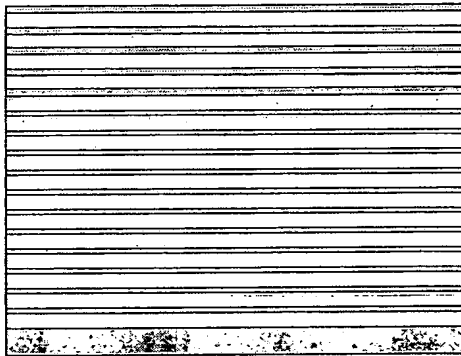
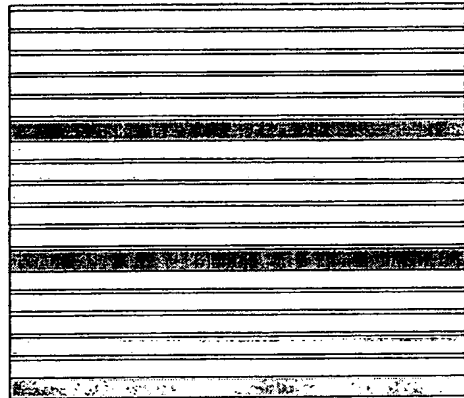


FIG. 2



24kTipo 2
15 camadas
alternadas A' e b



24kTipo 4
15 camadas
alternadas A' e b + 2
intercamadas de Ti

FIG. 3

Resistência à erosão por partícula grande

Areia de Sakrete de 40 mesh 85 psi (586,05 kPa) 20 graus

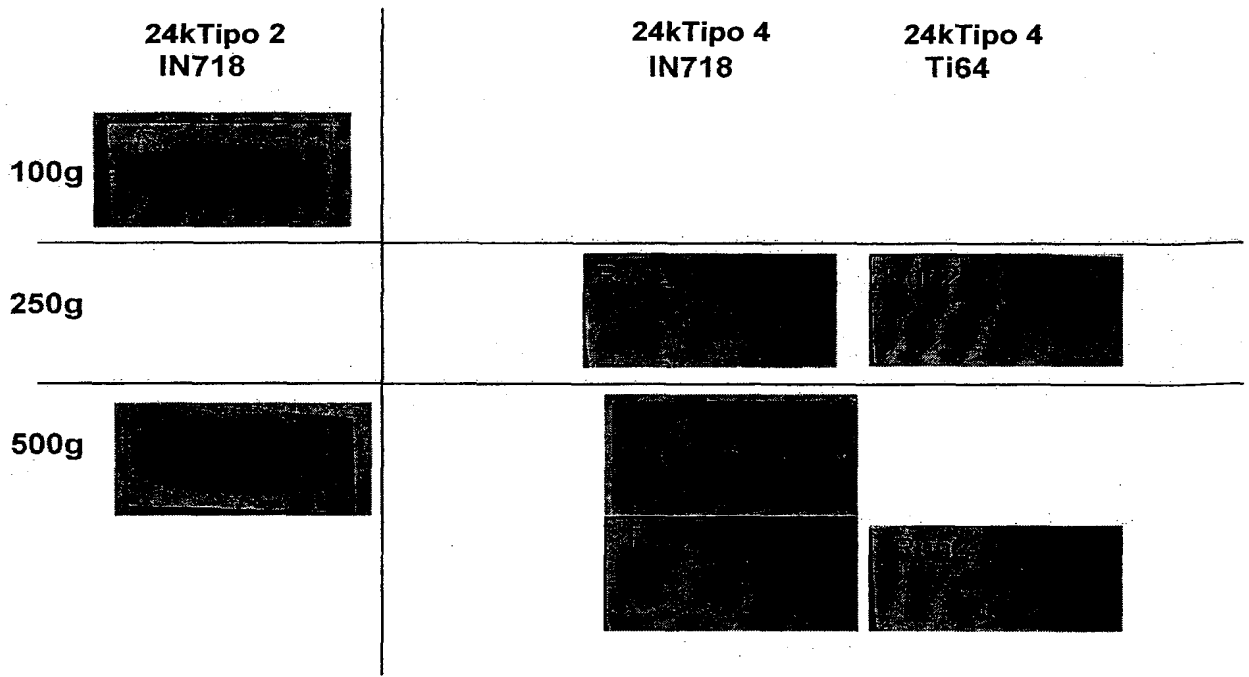


FIG. 4

RESUMO

“REVESTIMENTO, MÉTODO PARA A PRODUÇÃO DE UM REVESTIMENTO SOBRE UM SUBSTRATO, E, ARTIGO REVESTIDO COM UM REVESTIMENTO”

5 Esta invenção refere-se a revestimentos resistentes à erosão que compreende pelo menos 2 sistemas de subcamadas em que cada sistema de subcamada está separado do outro por uma intercamada, em que (i) cada sistema de subcamada é o mesmo ou diferente e compreende pelo menos 4 camadas, (ii) as ditas camadas compreendem camadas alternadas de um
10 composto contendo nitreto de composição estequiométrica e um composto contendo nitreto de composição não estequiométrica, (iii) cada sistema de subcamada tem uma espessura maior do que aproximadamente 0,4 microns e (iv) cada intercamada é a mesma ou diferente e compreende um composto contendo metal. Esta invenção também se refere a um método para a
15 produção dos revestimentos e a artigos, por exemplo, lâmina de rotor de compressor de turbina a gás e hélices de estator, revestidas com os revestimentos.