

УДК 667.61

DOI: 10.32326/1814-9146-2021-83-3-265-275

К ВОПРОСУ О ПРОЧНОСТНЫХ СВОЙСТВАХ ПОКРЫТИЯ ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ ПОВЫШЕННОЙ ТОЛЩИНЫ*

© 2021 г. Царева И.Н.¹, Бердник О.Б.¹, Кривина Л.А.¹,
Кириков С.В.¹, Тарасенко Ю.П.¹, Кузьмин В.И.²,
Мишакин В.В.¹, Гончар А.В.¹, Разов Е.Н.¹

¹Институт проблем машиностроения РАН – филиал Федерального
исследовательского центра «Институт прикладной физики РАН»,
Нижний Новгород, Российская Федерация

²Институт теоретической и прикладной механики
им. С.А. Христиановича СО РАН, Новосибирск, Российская Федерация

npktribonika@yandex.ru

Поступила в редакцию 11.05.2021

С применением специальных технологических приемов (последнее напыление, воздушное охлаждение и контроль температуры подложки) решена технологически сложная задача нанесения плазменных покрытий повышенной толщины (~1 мм) с высокой адгезионной прочностью. Трудность решения поставленной задачи обусловлена возникновением микронапряжений в покрытии в процессе напыления, разницей в величинах коэффициента термического расширения подложки и покрытия, сопутствующим нагревом при плазменной обработке, а также короблением тонкостенных деталей при напылении. Изучены закономерности формирования данного покрытия при высокоэнергетическом плазменном напылении порошковой смеси состава $ZrO_2 + 7\% Y_2O_3$ со сферической формой частиц. Исследовано структурно-фазовое состояние покрытия. Установлено, что при таком методе напыления формируется слоистая иерархия покрытия со столбчатой формой зерен диоксида циркония в прослойках. Воздействие плазменного потока стимулирует протекание частичного фазового превращения тетрагональной фазы $T-ZrO_2$ в кубическую фазу $K-ZrO_2$. Для исследования адгезионной прочности покрытия использованы разные методы: скретч-тест, Роквелл-тест и испытания на малоцикловую усталость. Показана высокая адгезионная прочность сцепления исследуемого покрытия с подложкой, так как ни при одном виде испытаний не произошло отслоения от подложки. Установлено, что при склерометрии преобладает когезионный механизм разрушения за счет микросколов, затрагивающий только поверхностные прослойки (толщиной 5–10 мкм) покрытия. Роквелл-тест продемонстрировал лучший балл трещиностойкости. Методом циклических вибрационных испытаний (на базе 250 000 циклов) установлен механизм разрушения покрытия за счет образования микротрещин на границе с подслоем. Исследованное покрытие может быть использовано для защиты как от высоко-

*Выполнено в рамках государственного задания ИИФ РАН на проведение фундаментальных научных исследований на 2021–2023 гг. по теме № 0030-2021-0025.

температурного воздействия, так и от механического износа деталей в энергетическом и авиационном машиностроении.

Ключевые слова: высокоэнергетическое плазменное напыление, жаростойкий интерметаллидный подслоя, покрытие диоксида циркония, столбчатая микроструктура, адгезионная и когезионная прочность.

Введение

Технологически сложным при плазменном порошковом напылении является формирование керамических покрытий повышенной толщины [1] (1 мм и более), превышающей традиционно принятую в технике толщину $\sim 0,3$ мм [2]. Это обусловлено возникновением микронапряжений в покрытии в процессе напыления, различиями в величинах коэффициента термического расширения подложки и покрытия, сопутствующим нагревом при плазменной обработке, а также короблением тонкостенных деталей при напылении.

Цель настоящего исследования – изучение закономерностей формирования покрытия диоксида циркония повышенной толщины (~ 1 мм) при плазменном напылении с применением специальных технологических приемов, обеспечивающих повышенную адгезионную прочность. Исследованное керамическое покрытие перспективно для защиты от высокотемпературного воздействия и механического износа элементов фюзеляжа летательных аппаратов [3], сопел ракетных двигателей и деталей огнеупорной аппаратуры. При нанесении исследуемого покрытия был использован метод высокоэнергетического плазменного порошкового напыления с высокими значениями тепловой и кинетической энергий сфокусированной плазменной струи (температура плазменного потока $T = 5000\text{--}10000$ °С, скорость частиц $V = 2400$ м/с) [4–8], позволяющий обрабатывать длинногабаритные и сложнопрофильные детали, а также тела вращения непосредственно на воздухе.

Методика исследований

Объект исследования – покрытие диоксида циркония повышенной толщины ($1 \pm 0,05$ мм), нанесенное на подложку из титанового сплава ВТ-20 (рис. 1: *а* – образец для структурных исследований, *б* – для испытаний на циклическую усталость) методом высокоэнергетического плазменного напыления на установке «Термоплазма-50».



Рис. 1. Внешний вид образцов из титанового сплава ВТ-20 с покрытием диоксида циркония толщиной 1 мм

При напылении были использованы специальные технологические приемы, заключающиеся в послойном (с толщиной слоев ~ 30 мкм) нанесении покрытия, с воздушным охлаждением и контролем температуры подложки. Следует отметить, что надежность и долговечность защитных покрытий определяется не только технологией их получения, но и в значительной мере качеством и свойствами используемого порошкового материала [9]. Для нанесения подслоя (толщиной 150 ± 20 мкм)

использовалась порошковая смесь марки ПНХ20К2Ю13-1 (40/100) (элементный состав: Cr – 18,9%; Co – 22,4%; Al – 14,0%; Fe – 0,15%; Y – 0,09%; Ca – 0,06%; Nb – 0,14%; Mn – 0,01%; C – 0,15%; S – 0,006%; Si – 0,51%; Ni – остальное) на основе интерметаллидной фазы β -NiAl [10–12]. Перед нанесением подслоя проводилась подготовительная абразивная обработка поверхности электрокорундом. Для формирования верхнего керамического слоя выбрана порошковая смесь марки Z7Y 20-40S на основе тетрагональной фазы T-ZrO₂ (состав: ZrO₂ – основа; Y₂O₃ – 7%; SiO₂ – 0,5%; TiO₂ – 0,2%; Al₂O₃ – 0,05%; FeO – 0,05%), состоящая из цельных частиц сферической формы [13]. В таблице 1 обозначено: θ – угол отражения, d – межплоскостное расстояние, I – интенсивность рефлексов.

Таблица 1

Данные рентгеноструктурного анализа порошковой смеси и покрытия диоксида циркония, сформированного из нее

Материал	2 θ , град	d , нм	I , отн. ед.	Фаза
Порошковая смесь	30,3	0,2954	1	T-ZrO ₂
	35,0	0,2570	0,16	T-ZrO ₂
	50,4	0,1810	0,42	T-ZrO ₂
	60,0	0,1542	0,25	T-ZrO ₂
	62,8	0,1480	0,08	T-ZrO ₂
	73,3	0,1291	0,03	T-ZrO ₂
	74,0	0,1281	0,05	T-ZrO ₂
Покрытие	28,580	0,3121	1,00	ZrO ₂ (T)
	33,693	0,2658	0,19	ZrO ₂ (T)
	48,769	0,1866	0,41	ZrO ₂ (T)
	57,946	0,1593	0,11	ZrO ₂ (K)
	58,602	0,1576	0,30	ZrO ₂ (T)
	61,486	0,1508	0,06	ZrO ₂ (T)
	71,712	0,1315	0,02	ZrO ₂ (T)
	72,629	0,1302	0,06	ZrO ₂ (T)

Фазовый состав покрытия исследовали методом рентгеноструктурного анализа на дифрактометре «Дрон-3М» (съемка по Брэггу – Брентано, Cu-K α -излучение), микроструктуру и распределение элементного состава – на растровом электронном микроскопе VEGA TESCAN. Количественный анализ пористости покрытия проводили по десяти электронно-микроскопическим изображениям структуры поверхности и поперечного сечения покрытия с помощью математической программы Good Grains оригинальной разработки, реализованной на языке программирования Python. Твердость по Виккерсу (HV) материала покрытия измеряли на твердомере HNV SHIMADZU при нагрузке на индентор 20 Н по ГОСТ 9450-76. Шероховатость покрытия контролировали на тестере TR200 по параметру R_a (среднее арифметическое отклонение профиля) по ГОСТ 2789-73.

Трещиностойкость покрытия оценивали с помощью Роквелл-теста по стандарту VDI-3198 на твердомере Rockwell 574 при нагрузке 1500 Н. После индентирования рассматривалась окрестная зона отпечатка на наличие отслоений, сколов и трещин с применением оптического микроскопа. Адгезионную прочность и хрупкость определяли по шестибалльной шкале. Балл HF1 соответствует наилучшей адгезии без следов отслоений покрытия, балл HF6 – наихудшей адгезии со сплошным площадным отслоением покрытия вдоль всего края индентирования.

Прочностные свойства керамического покрытия исследовали методом склерометрии [14–16] на установке Revetest RST при перемещении алмазного сферического индентора со скоростью 1 мм/мин и монотонно возрастающей нагрузке от 0 до 200 Н. Испытания сопровождались одновременной регистрацией сигналов акустоэмиссии (АЭ). Адгезионная прочность определялась посредством измерения критической нагрузки, при которой покрытие показало признаки разрушения (отслоения от подслоя или подложки).

Испытания на циклическую усталость покрытия диоксида циркония проводили при консольном изгибе на электромеханической машине резонансного типа по ГОСТ 25.502-79. Для испытаний был изготовлен специальный образец (тип IV) толщиной 2,6 мм с исследуемым покрытием толщиной 1 мм (см. рис. 1б), который подвергали циклическому деформированию с частотой 6 Гц, коэффициентом асимметрии цикла $R = -1$ (рис. 2а) и амплитудой колебаний 0,5 мм в зоне, отстоящей от линии жесткого закрепления на расстоянии 50 мм.

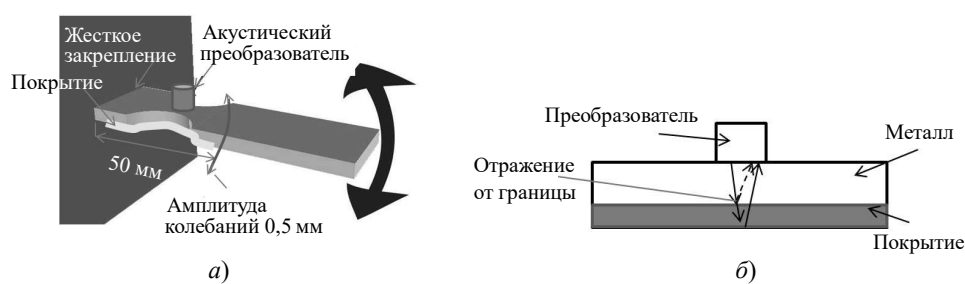


Рис. 2. Схемы нагружения (а) и прозвучивания (б)

Для исследования процесса разрушения покрытия ультразвуковым методом на металлическую поверхность образца в зоне локализации упругопластической деформации устанавливали прямой пьезоэлектрический преобразователь (рис. 2б) (эхо-импульсный режим прозвучивания с частотой зондирования 5 МГц).

Результаты исследований

Методами рентгеноструктурного и электронно-микроскопического анализов исследовано структурно-фазовое состояние покрытия диоксида циркония с поверхности и по поперечному сечению. Установлено, что при плазменном напылении формируется покрытие диоксида циркония с тетрагональным типом кристаллической решетки ($T\text{-ZrO}_2$). При этом под действием высокоэнергетического плазменного потока протекает частично фазовое превращение $T\text{-ZrO}_2 \rightarrow K\text{-ZrO}_2$, в результате которого в покрытии формируется некоторое количество ($\sim 11\%$) высокотемпературной кубической фазы $K\text{-ZrO}_2$ (см. табл. 1). В соответствии с диаграммой фазовых состояний системы $ZrO_2\text{-Y}_2O_3$ такое фазовое превращение происходит выше 2370°C [17].

Методами оптической и электронной микроскопии исследованы микроструктура поверхности и внутренних слоев покрытия диоксида циркония. Покрытие имеет белый цвет и однородный вид, на поверхности не обнаружено инородных вкраплений, сколов и микротрещин, но имеются локальные микропоры диаметром от 5 до 20 мкм (рис. 3).

Поры в покрытии имеют преимущественно сферическую форму. По результатам проведенных расчетов суммарная пористость в поперечном сечении покры-

тия составляет 4%, при этом открытая пористость (на поверхности) также не превышает 4%.

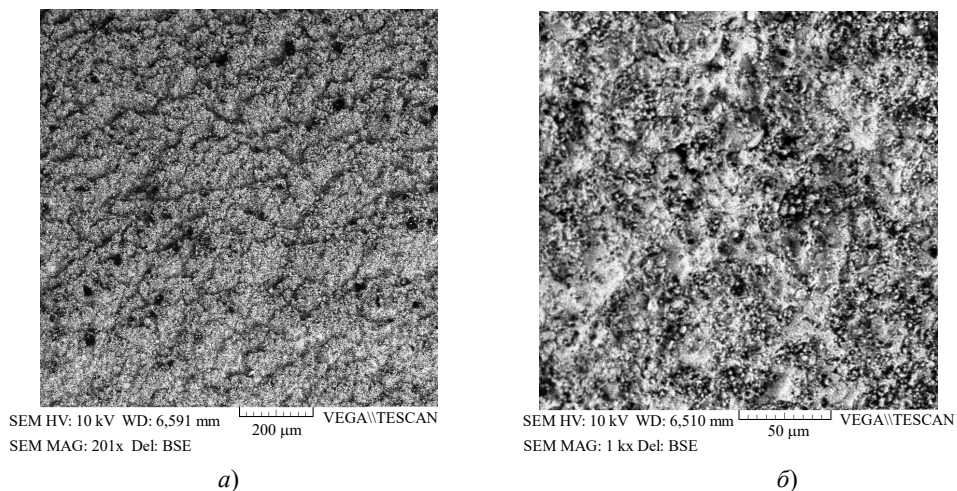


Рис. 3. Микроструктура поверхности покрытия ZrO_2 : *a* – $\times 201$, *б* – $\times 1000$

Микроструктура покрытия в поперечном сечении представляет собой чередование тонких прослоек (толщиной от 3 до 10 мкм) (рис. 4*a*), в которых видна столбчатая структура зерен диоксида циркония (с поперечным размером столбиков ~ 100 – 200 нм) (рис. 4*б*).

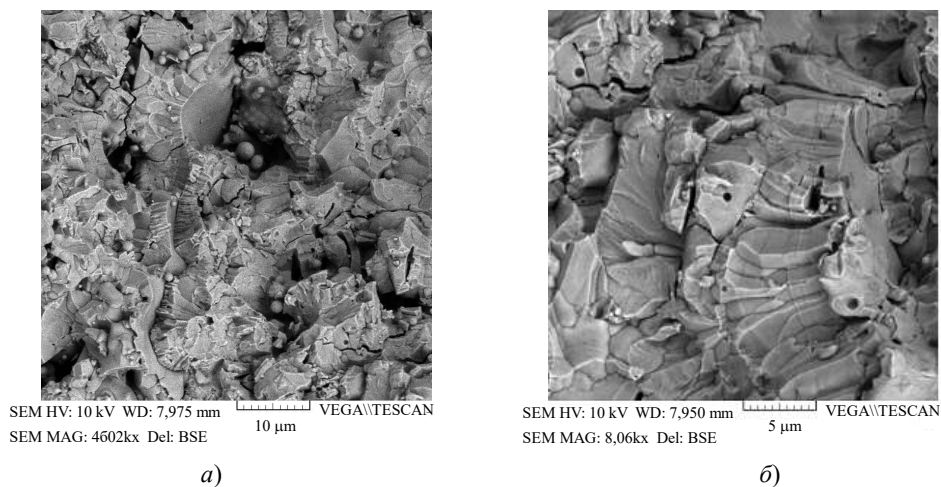


Рис. 4. Микроструктура (*a*) и столбчатое строение зерен диоксида циркония (*б*) в поперечном сечении покрытия, $\times 4000$

В микроструктуре просматриваются частицы сферической формы (диаметром 1–2 мкм) (см. рис. 3*б*, 4*a*). При пролете частиц мелкой фракции порошка в плазменном потоке происходит их оплавление и быстрое затвердевание в воздушной среде еще до осаждения напыляемого материала на подложку. Таким образом, за счет высокого энерговклада в напыляемый материал формируется сложная иерархия слоистой микроструктуры с элементами субструктуры, отличающаяся от традиционного плазменного напыления [18, 19].

Покрытие имеет высокую твердость HV(сред.) ~ 12 ГПа с шероховатостью поверхности R_a (сред.) ~ 2,54 мкм (6а класс). Как правило, высокая твердость материала сопровождается повышенной хрупкостью. Поэтому был проведен Роквелл-тест на трещиностойкость, который показал наилучший результат (балл HF1) по стандарту VDI-3198. Вокруг зоны отпечатка не было обнаружено трещин, сколов и отслоений (рис. 5).

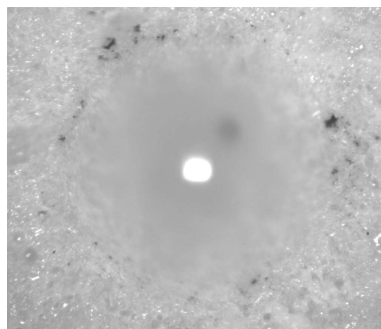


Рис. 5. Картина Роквелл-теста в покрытии диоксида циркония (толщиной ~ 1 мм)

Прочностные свойства и механизм разрушения покрытия исследовали методом скретч-теста, суть которого состоит в царапании покрытия алмазным индентором при возрастающей нагрузке, а микроразрушения, возникающие при пропахивании, сопровождаются генерацией сигналов акустической эмиссии [20]. В начале внедрения индентора в исследуемое покрытие появляются первые рефлекссы сигнала АЭ с амплитудой 5–10% (рис. 6, где P – нагрузка на индентор, H – глубина индентирования).

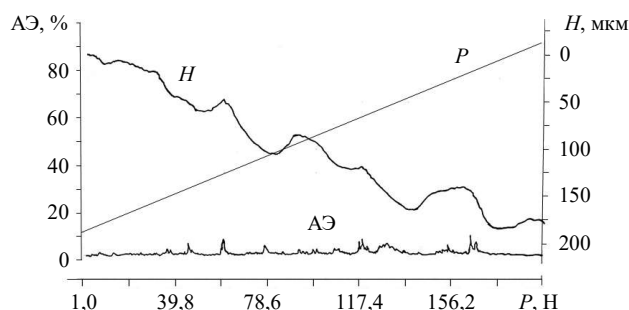


Рис. 6. Кривые скретч-теста покрытия диоксида циркония

Визуализация картины разрушения позволила связать эти сигналы с образованием частиц микросколов по краям царапины. Дальнейшее увеличение нагрузки на индентор сопровождается периодическим появлением рефлекссов небольшой амплитуды (~10%) на кривой АЭ, обусловленных периодическим появлением микросколов. При этом крупных сколов, трещин в покрытии и отслоения его от подслоя и подложки не наблюдалось вплоть до максимальной нагрузки (200 Н). Во время всего теста разрушение покрытия происходит по когезионному механизму с нарушением связей только в тонких прослойках (толщиной 5–10 мкм). При эксплуатации исследуемого покрытия можно прогнозировать фрагментарный механизм разрушения посредством микросколов в тонких поверхностных прослойках, который более предпочтителен по сравнению с масштабным отслоением от подложки.

Испытания прочностных свойств покрытия толщиной ~ 1 мм были проведены также методом циклического нагружения. В процессе эксперимента снимались амплитудно-временные диаграммы эхо-сигналов образца с покрытием в исходном состоянии и после циклического нагружения. Когда в процессе циклического нагружения на поверхности, в объеме материала или на границе раздела возникали дефекты, это приводило к изменению частотно-зависимого затухания, что отражалось на спектре акустических сигналов и на соотношении амплитуд $A1/A2$. Приведены зависимости амплитуд отраженных сигналов $A1$ и $A2$ (рис. 7а) и их соотношения (рис. 7б) от количества циклов нагружения для покрытия ZrO_2 толщиной 1 мм.

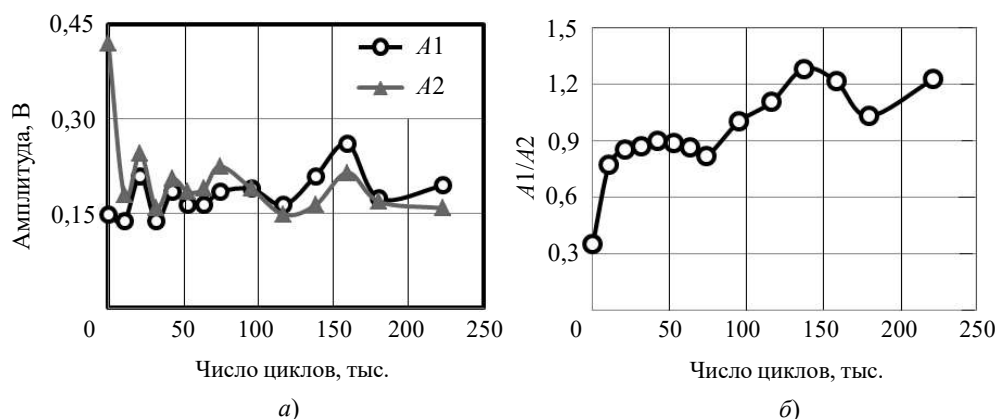


Рис. 7. Зависимость амплитуд отраженных сигналов $A1$ и $A2$ (а) и их соотношения (б) от количества циклов нагружения

На базе 250 000 циклов больших изменений акустических сигналов не наблюдалось. Покрытие сохраняло первоначальный вид, отслоения от подложки не происходило (рис. 8).

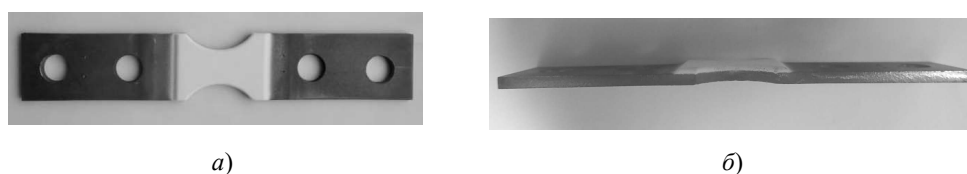


Рис. 8. Внешний вид (а – сверху, б – сбоку) образца с покрытием диоксида циркония толщиной 1 мм после проведения циклических испытаний

При исследовании структуры покрытия после 100 000 циклов нагружения дефекты не обнаружены (рис. 9б). При увеличении циклической нагрузки до 250 000 циклов в поперечном сечении покрытия обнаружены мелкие микротрещины в зоне максимального приложения нагрузки (рис. 9в), стрелкой показана зона с микротрещинами ($\times 20$).

Таким образом, проведенные тесты продемонстрировали высокую адгезионную прочность и трещиностойкость покрытия повышенной толщины.

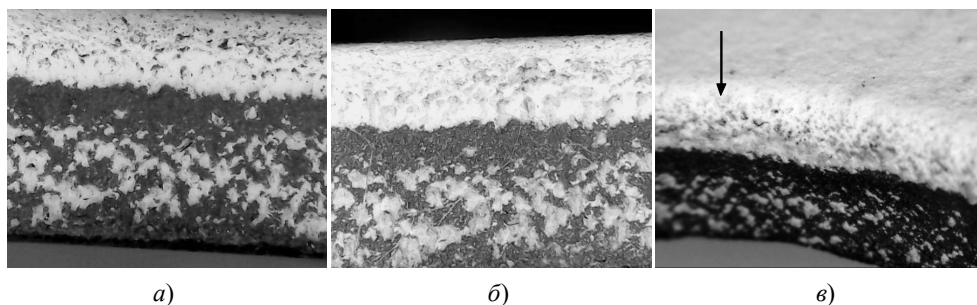


Рис. 9. Структура поперечного сечения покрытия: а – в исходном состоянии; б – после 100 000 циклов нагружения, в – после 250 000 циклов нагружения

Заключение

Методом высокоэнергетического плазменного напыления (с использованием специальных технологических приемов) из сферической порошковой смеси на основе диоксида циркония сформировано покрытие с двухфазовым составом ($\text{T-ZrO}_2 + \text{K-ZrO}_2$), слоистой микроструктурой и столбчатой субструктурой. Покрытие характеризуется низкой пористостью $\Pi \sim 4\%$, высокой твердостью $\text{HV}(\text{сред.}) \sim 12$ ГПа и шероховатостью поверхности по параметру $R_a(\text{сред.}) \sim 2,54$ мкм. Тестирование покрытия разными методами показало его высокие прочностные свойства: адгезионную прочность, трещиностойкость и стойкость при цикловых нагрузках. Покрытие рекомендуется для защиты от высокотемпературного воздействия и механического износа деталей энергетического и авиационного машиностроения.

Список литературы

1. Tsareva I.N., Berdnik O.B., Maximov M.V., Kuzmin V.I. High thickness coating of zirconium dioxide for thermal protection of metal alloys. *MATEC Web of Conferences*. 2018. Vol. 224. P. 03004-1–03004-7. <https://doi.org/10.1051/mateconf/201822403004>.
2. Лашенко Г.И. *Плазменное упрочнение и напыление*. Киев: Екотехнологія, 2003. 64 с.
3. Жирихин К.В., Николаев А.А., Талызин В.А., Шардин А.О., Тарасенко Ю.П., Царева И.Н., Бердник О.Б. Исследование термобарьерного покрытия на основе диоксида циркония для защиты криволинейных обводообразующих поверхностей экспериментального высокоскоростного летательного аппарата. *Сб. статей ЦАГИ*. М: ЦАГИ, 2019. С. 1–9.
4. Gulyaev I., Kuzmin V., Kornienko E., Vashchenko S., Sergachev D. Microstructure formation properties of ZrO_2 coating by powder suspension and liquid precursor plasma spraying. *Materials Today: Proceedings*. 2019. No 11. P. 430–435. DOI: 10.1016/j.matpr.2019.01.008.
5. Dolmatov A.V., Gulyaev I.P., Kuzmin V.I., Lyskov E.A., Ermakov K.A. Analysis and optimization of gas-thermal spray process in terms of condensed phase velocity and temperature. *Thermophysics and Aeromechanics*. 2017. Vol. 24. No 1. P. 83–94. DOI: 10.1134/S0869864317010097.
6. Gulyaev I., Kuzmin V., Kornienko E., Vyalova A., Tyryshkin P., Sergachev D., Vashchenko S. Plasma spraying of thermal barrier coatings using YSZ powders. *Materials Today: Proceedings*. 2019. No 19. Pt. 5. P. 2134–2138. DOI: 10.1016/j.matpr.2019.07.226.
7. Kuzmin V., Kornienko E., Gulyaev I., Vashchenko S., Sergachev D. Application of supersonic air plasma torch for metallic nickel-based alloys spraying. *Materials Today: Proceedings*. 2019. No 11. Pt. 1P. 423–429. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2019.01.007>.
8. Tarasenko Yu.P., Tsareva I.N., Berdnik O.B., Fel' Ya.A., Kuz'min V.I. Zirconium dioxide thermal insulation coatings obtained by highly energized plasma spray. *Journal of Machinery Manufacture and Reliability*. 2015. Vol. 44. No 4. P. 378–383. <https://doi.org/10.3103/S1052618815040147>.
9. Чубаров Д.А., Будиновский С.А. Выбор керамического материала для теплозащитных покрытий лопаток авиационных турбин на рабочие температуры до 1400 °С. *Труды ВИАМ*:

Электронный научно-технический журнал. 2015. №4. С. 48–53. dx.doi.org/ 10.18577/2307-6046-2015-0-4-7-7.

10. Tarasenko Yu.P., Tsareva I.N., Berdnik O.B., Fel' Ya.A., Kuzmin V.I., Mikhal'chenko A.A., Kartaev E.V. The structure and physico-mechanical properties of heat-resistant Ni-Co-Cr-Al-Y intermetallic coatings obtained using rebuilt plasma equipment. *Thermophysics and Aeromechanics*. 2014. Vol. 21. No 5. P. 641–662. DOI: 10.1134/S0869864314050138.

11. Тарасенко Ю.П., Царева И.Н., Бердник О.Б., Фель Я.А., Кривина Л.А. Исследование жаростойкого интерметаллидного подслоя для теплозащитного покрытия турбинных лопаток ГТД. *Вестник Самарского университета. Аэрокосмическая техника, технологии и машиностроение*. 2014. Т. 14. №3. С. 85–94. DOI: 10.18287/1998-6629-2014-0-3(45)-85-94.

12. Tarasenko Yu.P., Tsareva I.N., Berdnik O.B., Fel' Ya.A., Krivina L.A. Development and postoperation state of Ni-Co-Cr-Al-Y plasma heat-resistant coating. *Journal of Machinery Manufacture and Reliability*. 2016. Vol. 45. Iss. 3. P. 252–257. DOI: 10.3103/S1052618816030183.

13. Царева И.Н., Бердник О.Б., Тарасенко Ю.П. Исследование отечественных порошковых смесей на основе диоксида циркония для плазменных теплозащитных покрытий. *Пленки и покрытия – 2017: Матер. докл. 13 Междунар. конф. Санкт-Петербург, 18–20 апр. 2017 г. СПб., 2017. С. 430–434.*

14. *Скретч-тестер Revetest RST*: Техническое описание. 2012. 32 с.

15. Селиванов К.С. Оценка прочности материала поверхности при его испытании методом «скретч-тест». *Вестник УГАТУ*. 2015. Т. 19. №1(67). С. 100–106. <http://journal.ugatu.ac.ru/index.php/Vestnik/article/view/1877>.

16. Семенычев В.В., Салахова Р.К. Оценка адгезии никель-кобальтового покрытия к стекло- и углепластику методом царапанья. *Труды ВИАМ*. 2016. №7(43). С. 48–57. DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-7-6-6.

17. Scott H.G. Phase relationships in the yttria-rich part of the yttria-zirconia system. *Journal of Material Science*. 1977. Vol. 12. Iss. 2. P. 311–316. DOI: 10.1007/BF00566272.

18. Тарасенко Ю.П., Бердник О.Б., Царева И.Н. Отечественные теплозащитные покрытия, полученные различными методами. *Прикладная механика и технологии машиностроения: Сб. науч. трудов. Нижний Новгород, 2015. С. 107–113.*

19. Тарасенко Ю.П., Бердник О.Б., Царева И.Н. Свойства теплозащитных покрытий диоксида циркония, полученных различными методами. *Проблемы и перспективы развития двигателестроения: Сб. трудов Международ. науч.-техн. конф. Самара, 22–24 июня 2016 г. Самара, 2016. Ч. 1. С. 142–143.*

20. Tsareva I.N., Maksimov M.V., Berdnik O.B. Fracture mechanism of plasma thermal barrier coatings made of zirconia-based powder mixtures of various morphologies. *Russian Metallurgy (Metally)*. 2021. Vol. 2021. No 4. P. 386–391. DOI: 10.1134/s0036029521040352.

References

1. Tsareva I.N., Berdnik O.B., Maximov M.V., Kuzmin V.I. High thickness coating of zirconium dioxide for thermal protection of metal alloys. *MATEC Web of Conferences*. 2018. Vol. 224. P. 03004-1–03004-7. <https://doi.org/10.1051/mateconf/201822403004>.

2. Lashchenko G.I. *Plazmennoye uprochneniye i napyleniye [Plasma Hardening and Sputtering]*. Kiev: Yekotekhnologiya Publ. 2003. 64 p. (In Russian).

3. Zhirikhin K.V., Nikolayev A.A., Talyzin V.A., Shardin A.O., Tarasenko Yu.P., Tsareva I.N., Berdnik O.B. Issledovaniye termobaryernogo pokrytiya na osnove dioksida tsirkoniya dlya zashchity krivolinyeynykh obvodooobrazuyushchikh poverkhnostey eksperimental'nogo vysokoskorostnogo letatel'nogo apparata [Investigation of a thermal barrier coating based on zirconium dioxide to protect curvilinear bypass surfaces of an experimental high-speed aircraft]. *Collection of TsAGI*. Moscow. TsAGI Publ. 2019. P. 1–9 (In Russian).

4. Gulyaev I., Kuzmin V., Kornienko E., Vashchenko S., Sergachev D. Microstructure formation properties of ZrO₂ coating by powder suspension and liquid precursor plasma spraying. *Materials Today: Proceedings*. 2019. No 11. P. 430–435. DOI: 10.1016/j.matpr.2019.01.008.

5. Dolmatov A.V., Gulyaev I.P., Kuzmin V.I., Lyskov E.A., Ermakov K.A. Analysis and optimization of gas-thermal spray process in terms of condensed phase velocity and temperature. *Thermophysics and Aeromechanics*. 2017. Vol. 24. No 1. P. 83–94. DOI: 10.1134/S0869864317010097.

6. Gulyaev I., Kuzmin V., Kornienko E., Vyalova A., Tyryshkin P., Sergachev D., Vashchenko S. Plasma spraying of thermal barrier coatings using YSZ powders. *Materials Today: Proceedings*. 2019. No 19. Pt. 5. P. 2134–2138. DOI: 10.1016/j.matpr.2019.07.226.
7. Kuzmin V., Kornienko E., Gulyaev I., Vashchenko S., Sergachev D. Application of supersonic air plasma torch for metallic nickel-based alloys spraying. *Materials Today: Proceedings*. 2019. No 11. Pt. 1. P. 423–429. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2019.01.007>.
8. Tarasenko Yu.P., Tsareva I.N., Berdnik O.B., Fel' Ya.A., Kuz'min V.I. Zirconium dioxide thermal insulation coatings obtained by highly energized plasma spray. *Journal of Machinery Manufacture and Reliability*. 2015. Vol. 44. No 4. P. 378–383. <https://doi.org/10.3103/S1052618815040147>.
9. Chubarov D.A., Budinovskiy S.A. Vybór keramicheskogo materiala dlya teplozashchitnykh pokrytiy lopatok aviatsionnykh turbin na rabochie temperatury do 1400 °C [The choice of ceramic material for heat-shielding coatings of aircraft turbine blades on rotor with temperatures up to 1400 °C]. *Trudy VIAM: Elektronnyy nauchno-tekhnicheskyy zhurnal [Proceedings of VIAM. Electronic Scientific and Technical Journal]*. 2015. No 4. P. 48–53 (In Russian).
10. Tarasenko Yu.P., Tsareva I.N., Berdnik O.B., Fel' Ya.A., Kuzmin V.I., Mikhail'chenko A.A., Kartaev E.V. The structure and physico-mechanical properties of heat-resistant Ni-Co-Cr-Al-Y intermetallic coatings obtained using rebuilt plasma equipment. *Thermophysics and Aeromechanics*. 2014. Vol. 21. No 5. P. 641–662. DOI: 10.1134/S0869864314050138.
11. Tarasenko Yu.P., Tsareva I.N., Berdnik O.B., Fel' Ya.A., Krivina L.A. Issledovanie zharostoykogo intermetallidnogo podsloya dlya teplozashchitnogo pokrytiya turbinnykh lopatok GTD [Research of a heat-resistant intermetallic underlayer for the heat-shielding coating of gas turbine engine turbine blades]. *Vestnik Samarskogo universiteta. Aerokosmicheskaya tekhnika, tekhnologii i mashinostroeniye [Vestnik of Samara University. Aerospace and Mechanical Engineering]*. 2014. Vol. 14. No 3. P. 85–95. DOI: 10.18287/1998-6629-2014-0-3(45)-85-94 (In Russian).
12. Tarasenko Yu.P., Tsareva I.N., Berdnik O.B., Fel' Ya.A., Krivina L.A. Development and postoperation state of Ni-Co-Cr-Al-Y plasma heat-resistant coating. *J. Mach. Manuf. Reliab.* 2016. Vol. 45. Iss. 3. P. 252–257. DOI: 10.3103/S1052618816030183.
13. Tsareva I.N., Berdnik O.B., Tarasenko Yu.P. Issledovaniye otechestvennykh poroshkovykh smesey na osnove dioksida tsirkoniya dlya plazmennyykh teplozashchitnykh pokrytiy [Study of domestic powder mixtures based on zirconium dioxide for plasma heat-shielding coatings]. *Plenki i pokrytiya – 2017: Materialy dokladov 13 Mezhdunarodnoy konferentsii. Sankt-Peterburg. 18–20 Apr. 2017 [Films and Coatings – 2017. Proceedings of the 13th International Conference. St. Petersburg. 18–20 Apr. 2017]*. St. Petersburg, 2017. P. 430–434 (In Russian).
14. *Skretch-tester Revetest RST: Tekhnicheskoye opisaniye [Revetest RST Scratch Tester Datasheet]*. 2012. 32 p. (In Russian).
15. Selivanov K.S. Otsenka prochnosti materiala poverkhnosti pri ego ispytanii metodom «skretch-test» [Evaluation of the strength of the surface material when tested by the “scratch-test” method]. *Vestnik Ufimskogo gosudarstvennogo aviatsionnogo tekhnicheskogo universiteta [Vestnik UGATU]*. 2015. Vol. 19. No 1(67). P. 100–106 (In Russian).
16. Semenychev V.V., Salakhova R.K. Otsenka adgezii nikel-kobaltovogo pokrytiya k steklo-i ugleplastiku metodom tsarapanya [Evaluation of nickel-cobalt coating adhesion to fiberglass and carbon fiber-reinforced plastic by scratching]. *Trudy Vserossiyskogo nauchno-issledovatel'skogo instituta aviatsionnykh materialov [Trudy All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials]*. 2016. No 7(43). P. 48–57 (In Russian).
17. Scott H.G. Phase relationships in the yttria-zirconia system. *Journal of Material Science*. 1977. Vol. 12. Iss. 2. P. 311–316. DOI: 10.1007/BF00566272.
18. Tarasenko Yu.P., Berdnik O.B., Tsareva I.N. Otechestvennyye teplozashchitnye pokrytiya, poluchennyye razlichnymi metodami [Domestic heat protective coatings obtained by various methods]. *Prikladnaya mekhanika i tekhnologii mashinostroeniya: Sbornik nauchnykh trudov [Applied Mechanics and Engineering Technologies. Collection of Scientific Papers]*. 2015. P. 107–113 (In Russian).
19. Tarasenko Y.P., Berdnik O.B., Tsareva I.N. Svoystva teplozashchitnykh pokrytiy dioksida tsirkoniya, poluchennykh razlichnymi metodami [Heat-shielding zirconia coating obtained by different methods]. *Problemy i perspektivy razvitiya dvigatelestroeniya: Sbornik trudov Mezhduna-*

rodnoy nauchno-tehnicheskoy konferentsii [Problems and Prospects for the Development of Engine Engineering: Collection of Materials of Reports of the International Scientific and Technical Conference]. Samara. 22–24 Jun. 2016. Samara. 2016. Pt. 1. P. 142–143 (In Russian).

20. Tsareva I.N., Maksimov M.V., Berdnik O.B. Fracture mechanism of plasma thermal barrier coatings made of zirconia-based powder mixtures of various morphologies. *Russian Metallurgy (Metally)*. 2021. Vol. 2021. No 4. P. 386–391. DOI: 10.1134/s0036029521040352.

TO THE ISSUE OF STRENGTH PROPERTIES OF THE COATING ZIRCONIUM DIOXIDE OF INCREASED THICKNESS

**Tsareva I.N.¹, Berdnik O.B.¹, Krivina L.A.¹, Kirikov S.V.¹,
Tarasenko Yu.P.¹, Kuzmin V.I.², Mishakin V.V.¹, Gonchar A.V.¹, Razov E.N.¹**

¹*Mechanical Engineering Research Institute of the Russian Academy of Sciences –
Branch of Federal Research Center “Institute of Applied Physics of the RAS”,
Nizhny Novgorod, Russian Federation*

²*Khristianovich Institute of Theoretical and Applied Mechanics the SB RAS,
Novosibirsk, Russian Federation*

With the use of special technological techniques (layer-by-layer spraying, air cooling and substrate temperature control), the technologically complex problem of applying plasma coatings of increased thickness with high adhesive strength has been solved. The difficulty of solving this problem is due to the occurrence of micro-stresses in the coating during spraying, the difference in the values of the coefficient of thermal expansion of the substrate and the coating, the accompanying heating during plasma treatment, as well as the warping of thin-walled parts during spraying. The regularities of the formation of a coating of zirconium dioxide with a thickness of ~1 mm during high-energy plasma spraying of a powder mixture $ZrO_2 + 7\% Y_2O_3$ with a spherical morphology of particles have been studied. The structural-phase state of the coating is investigated. It is established that with this method of spraying, a layered hierarchy of the coating is formed with a columnar shape of zirconium dioxide grains in the interlayers. The effect of the plasma flow stimulates the partial phase transformation of the tetragonal phase T- ZrO_2 into the cubic K- ZrO_2 . To study the adhesive strength of the coating, different methods were used: scratch test, Rockwell test and low-cycle fatigue tests. The high adhesive strength of the adhesion of the investigated coating to the substrate is shown since no detachment from the substrate occurred during any type of testing. In sclerometry, the cohesive mechanism of destruction due to microscopes prevails, affecting only the surface layers (5–10 microns thick) of the coating. The Rockwell test demonstrated the best crack resistance score and a sufficiently high plasticity of the coating. Cyclic vibration tests based on 250,000 cycles showed that microcracks are formed at the boundary with the sublayer. The coating of increased thickness can be used both for protection against high-temperature exposure and against mechanical wear of parts in power and aviation engineering.

Keywords: high-energy plasma spraying, heat-resistant intermetallic sublayer, zirconium dioxide coating, columnar microstructure, adhesive and cohesive strength.