



(21) 申请号 202410658984.6

C23C 4/08 (2016.01)

(22) 申请日 2024.05.27

(56) 对比文件

(65) 同一申请的已公布的文献号

CN 102162078 A, 2011.08.24

申请公布号 CN 118222969 A

CN 105397098 A, 2016.03.16

CN 206047309 U, 2017.03.29

(43) 申请公布日 2024.06.21

审查员 连速

(73) 专利权人 北矿新材科技有限公司

地址 102200 北京市昌平区沙河镇沙阳路

富生路5号

(72) 发明人 卢晓亮 万伟伟 夏春阳 杨文超

贾贤赏 侯玉柏 孙建刚

(74) 专利代理机构 北京超凡宏宇知识产权代理

有限公司 11463

专利代理师 王闯

(51) Int. Cl.

C23C 4/134 (2016.01)

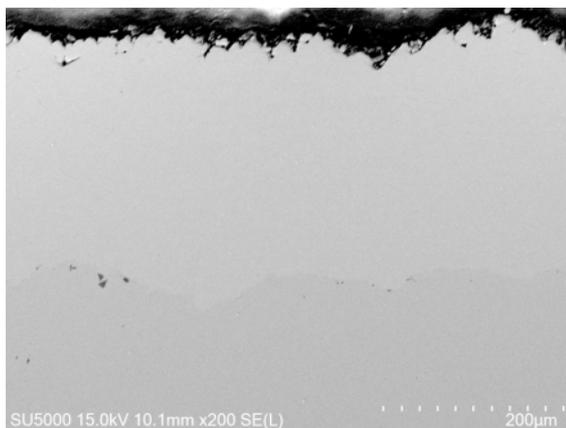
权利要求书2页 说明书15页 附图2页

(54) 发明名称

一种固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层及其制备方法和涂层工件

(57) 摘要

本申请提供一种固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层及其制备方法和涂层工件,涉及涂层材料领域。该制备方法包括:在惰性气氛下,将银粉进行气流分级,得到目标银粉;将基体进行极化预处理、极化处理、预热,得到待喷涂基体;采用等离子喷涂法将所述目标银粉喷涂在所述待喷涂基体的表面,形成涂层。本申请提供的方法以银金属作为原料,通过独特极化处理,有效的降低了涂层的氧化物含量,通过极化预处理+极化处理+等离子喷涂工艺可高效稳定地制备含极少氧化物、极低孔隙率和极高结合强度的涂层,该方法生产效率高。



1. 一种固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的制备方法,其特征在于,包括:

在惰性气氛下,将银原料进行雾化得到银粉,所述银粉进行气流分级,得到目标银粉;
将基体进行极化预处理、极化处理、预热,得到待喷涂基体;
采用等离子喷涂法将所述目标银粉喷涂在所述待喷涂基体的表面,形成涂层;
使用具有极化功能的枪体进行所述极化处理,所述基体作为阳极,所述枪体作为阴极;
所述极化处理的电压为60V-100V;
所述极化处理的电流为180A-220A;
所述极化处理的振幅为15A-20A;
所述极化处理的喷枪移动速度为1m/s-1.5m/s。

2. 根据权利要求1所述的固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的制备方法,其特征在于,所述雾化前,在真空或惰性气氛下,采用银对容器进行清洗,所述银包括所述银原料、所述银粉和所述目标银粉中的一种或多种;

所述清洗的次数为1次-3次;
所述银原料的纯度 $\geq 99.999\%$;
所述目标银粉的粒度范围为 $5\mu\text{m}$ - $38\mu\text{m}$;
所述目标银粉的氧含量为100ppm-300ppm;
所述极化预处理的终点真空度为10mbar-35mbar;
所述极化预处理的真空氧含量小于1000ppm。

3. 根据权利要求2所述的固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的制备方法,其特征在于,所述极化预处理的过程包括:

第一循环:将所述基体置于等离子喷涂设备的真空舱内,真空度抽至0.001mbar-0.05mbar;

用惰性气体进行回填至100mbar-300mbar;
第二循环:再次抽真空至0.001mbar-0.05mbar;
用所述惰性气体进行回填得到所述终点真空度。

4. 根据权利要求3所述的固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的制备方法,其特征在于,所述第一循环的次数为3次-5次。

5. 根据权利要求1所述的固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的制备方法,其特征在于,所述预热的温度为 300°C - 500°C ,所述预热的时间为2min-5min;

所述预热的等离子喷枪的功率为35kw-70kw;
所述预热的吹扫距离为350mm-600mm;
所述预热的速度为500mm/s-1500mm/s。

6. 根据权利要求1-5任一项所述的固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的制备方法,其特征在于,所述喷涂的功率为40KW-60KW;

所述喷涂的距离为300mm-600mm;
所述喷涂至少添加两种所述惰性气氛,所述喷涂中的惰性气体为85L/min-120L/min;
所述喷涂的等离子体焰流长度为350mm-1000mm;
所述喷涂的等离子体焰流直径为150mm-350mm;

所述喷涂结束,回填惰性气体,进行冷却;

所述喷涂的真空度为20 mbar -25mbar。

7.根据权利要求6所述的固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的制备方法,其特征在于,所述喷涂中的所述惰性气氛中包括氩气和氦气,所述氩气为80L/min-110L/min,所述氦气为5L/min-10L/min;

所述冷却的真空度为450mbar-600mbar;

所述冷却的速度为1°C/min -10°C/min,所述冷却的时间为10min-30min。

8.一种固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层,其特征在于,采用权利要求1-7任一项所述固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的制备方法制备得到,满足以下条件中的至少一个:

A.所述固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的厚度为0.005mm-5mm;

B.所述固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的孔隙率<0.5%;

C.所述固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的氧含量<0.05%;

D.所述固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的结合强度>70MPa。

9.一种涂层工件,其特征在于,包括权利要求8的所述固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层。

一种固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层及其制备方法和涂层工件

技术领域

[0001] 本申请涉及涂层材料领域领域,尤其涉及一种固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层及其制备方法和涂层工件。

背景技术

[0002] 银涂层可有效提高固-固接触生产效率和运行安全性。具有耐挤压、高延展性、高润滑的优点,广泛的应用于在航空领域的桨瓣、航海领域的舵手上以及化工行业挤粒部位,应用环境承受3000-15000千牛的压力,及纵向剪切应力,是目前应用环境最高的一类稀贵金属涂层。随着航空事业、航母舰队、化工制剂行业的发展,对稀贵润滑金属涂层的性能提出了更高的要求,例如稀贵润滑涂层的长时服役耐压及抗剪切,能够承受100-500°C温差频变等。

[0003] 目前的银涂层一般采用等离子溅射或磁控溅射等方法,但这些方法存在镀膜面积小、厚度小、无法适用于大件的制备的问题,因此,如何解决这些问题是需要改进的方向。

发明内容

[0004] 本申请的目的在于提供一种固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层及其制备方法和涂层工件,以解决上述问题。

[0005] 为实现以上目的,本申请第一方面提供了一种固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的制备方法,包括:

[0006] 在惰性气氛下,将银原料进行雾化得到银粉,所述银粉进行气流分级,得到目标银粉;

[0007] 将基体进行极化预处理、极化处理、预热,得到待喷涂基体;

[0008] 采用等离子喷涂法将所述目标银粉喷涂在所述待喷涂基体的表面,形成涂层。

[0009] 可选地,所述固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的制备方法满足以下条件中的至少一个:

[0010] A. 所述雾化前,在真空或惰性气氛下,采用银对容器进行清洗,所述银包括所述银原料、所述银粉和所述目标银粉中的一种或多种;

[0011] 所述清洗的次数为1次-3次;

[0012] B. 所述银原料的纯度 $\geq 99.999\%$;

[0013] C. 所述目标银粉的粒度范围为 $5\mu\text{m}$ - $38\mu\text{m}$;

[0014] D. 所述目标银粉的氧含量为100ppm-300ppm;

[0015] E. 所述极化预处理的终点真空度为10mbar-35mbar;

[0016] F. 所述极化预处理的真空氧含量小于1000ppm。

[0017] 可选地,所述极化预处理的过程包括:

[0018] 第一循环:将所述基体置于等离子喷涂设备的真空舱内,真空度抽至0.001mbar-

0.05mbar;

[0019] 用所述惰性气体进行回填至100mbar-300mbar;

[0020] 第二循环:再次抽真空至0.001mbar-0.05mbar;

[0021] 用所述惰性气体进行回填得到所述终点真空度。

[0022] 可选地,所述第一循环的次数为3次-5次。

[0023] 可选地,所述固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的制备方法满足以下条件中的至少一个:

[0024] A.使用具有极化功能的枪体进行所述极化处理,所述基体作为阳极,所述枪体作为阴极;

[0025] B.所述极化处理的电压为60V-100V;

[0026] C.所述极化处理的电流为180A-220A;

[0027] D.所述极化处理的振幅为15A-20A;

[0028] E.所述极化处理的喷枪移动速度为1m/s-1.5m/s。

[0029] 可选地,所述固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的制备方法满足以下条件中的至少一个:

[0030] A.所述预热的温度为300°C-500°C,所述预热的时间为2min-5min;

[0031] B.所述预热的等离子喷枪的功率为35kw-70kw;

[0032] C.所述预热的吹扫距离为350mm-600mm;

[0033] D.所述预热的速度为500mm/s-1500mm/s。

[0034] 可选地,所述固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的制备方法满足以下条件中的至少一个:

[0035] A.所述喷涂的功率为40KW-60KW;

[0036] B.所述喷涂的距离为300mm-600mm;

[0037] C.所述喷涂至少添加两种所述惰性气氛,所述喷涂中的惰性气体为85L/min-120L/min;

[0038] D.所述喷涂的等离子体焰流长度为350mm-1000mm;

[0039] E.所述喷涂的等离子体焰流直径为150mm-350mm;

[0040] F.所述喷涂结束,回填惰性气体,进行冷却;

[0041] G.所述喷涂的真空度为20mbar-25mbar。

[0042] 可选地,所述固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的制备方法满足以下条件中的至少一个:

[0043] A.所述喷涂中的所述惰性气氛中包括氩气和氦气,所述氩气为80L/min-110L/min,所述氦气为5L/min-10L/min;

[0044] B.所述冷却的真空度为450mbar-600mbar;

[0045] C.所述冷却的速度为1°C/min-10°C/min,所述冷却的时间为10min-30min。

[0046] 本申请第二方面提供一种固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层,采用所述固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的制备方法制备得到,满足以下条件中的至少一个:

[0047] A.所述固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的厚度为0.005mm-5mm;

- [0048] B.所述固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的孔隙率 $<0.5\%$;
- [0049] C.所述固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的氧含量 $<0.05\%$;
- [0050] D.所述固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的结合强度 $>70\text{Mpa}$ 。
- [0051] 本申请第三方面提供一种涂层工件,包括所述固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层。
- [0052] 与现有技术相比,本申请的有益效果包括:
- [0053] 本申请提供的固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的制备方法,采用了银作为原料,通过极化预处理控制真空度,以使得极化处理在真空环境进行,极化过程中零件作为阳极,喷枪作为阴极,通过给电压,能够在阴阳极之间形成电弧,电弧能够将零件表面的氧化皮烧掉,由于不停地抽取真空,烧掉的氧化皮能够及时抽走,有效的降低了涂层的氧化物含量,通过极化预处理+极化处理+等离子喷涂工艺可高效稳定地制备含极少氧化物、极低孔隙率和极高结合强度的涂层,该方法生产效率高。
- [0054] 本申请提供的固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层厚度可控在 $0.005\text{ mm} - 5\text{mm}$ 范围内,可实现超薄至超厚的厚度调控,并且制备得到的涂层氧化物含量极少、孔隙率极低、结合强度高。
- [0055] 本申请提供的涂层工件在高压工况下长时间工作,具体耐磨损和涂层耐开裂剥离等优点。

附图说明

- [0056] 为了更清楚地说明本申请实施例的技术方案,下面将对实施例中所需要使用的附图作简单地介绍,应当理解,以下附图仅示出了本申请的某些实施例,因此不应被看作是对本申请范围的限定。
- [0057] 图1为实施例1中的Ag粉末的SEM图;
- [0058] 图2为实施例1中制备的低氧含量高致密结构高润滑Ag涂层的截面图;
- [0059] 图3为实施例1中的涂层工件实物图。

具体实施方式

- [0060] 如本文所用之术语:
- [0061] “由……制备”与“包含”同义。本文中所用的术语“包含”、“包括”、“具有”、“含有”或其任何其它变形,意在覆盖非排它性的包括。例如,包含所列要素的组合物、步骤、方法、制品或装置不必仅限于那些要素,而是可以包括未明确列出的其它要素或此种组合物、步骤、方法、制品或装置所固有的要素。
- [0062] 连接词“由……组成”排除任何未指出的要素、步骤或组分。如果用于权利要求中,此短语将使权利要求为封闭式,使其不包含除那些描述的材料以外的材料,但与其相关的常规杂质除外。当短语“由……组成”出现在权利要求主体的子句中而不是紧接在主题之后时,其仅限定在该子句中描述的要素;其它要素并不被排除在作为整体的所述权利要求之外。
- [0063] 当量、浓度、或者其它值或参数以范围、优选范围、或一系列上限优选值和下限优选值限定的范围表示时,这应当被理解为具体公开了由任何范围上限或优选值与任何范围

下限或优选值的任一配对所形成的所有范围,而不论该范围是否单独公开了。例如,当公开了范围“1~5”时,所描述的范围应被解释为包括范围“1~4”、“1~3”、“1~2”、“1~2和4~5”、“1~3和5”等。当数值范围在本文中被描述时,除非另外说明,否则该范围意图包括其端值和在该范围内的所有整数和分数。

[0064] 在这些实施例中,除非另有指明,所述的份和百分比均按质量计。

[0065] “质量份”指表示多个组分的质量比例关系的基本计量单位,1份可表示任意的单位质量,如可以表示为1g,也可表示2.689g等。假如我们说A组分的质量份为a份,B组分的质量份为b份,则表示A组分的质量和B组分的质量之比a:b。或者,表示A组分的质量为aK,B组分的质量为bK(K为任意数,表示倍数因子)。不可误解的是,与质量份数不同的是,所有组分的质量份之和并不受限于100份之限制。

[0066] “和/或”用于表示所说明的情况的一者或两者均可能发生,例如,A和/或B包括(A和B)和(A或B)。

[0067] 常规等离子喷涂制备金属涂层,通常采用微米粉末为原料,与此同时,材料中氧化物杂质含量 $\geq 0.5\%$,在涂层制备的过程中,由于粉末的粒径较大且分布并不均匀,最终导致涂层内部存在大量连通孔隙缺陷,氧化物夹杂,涂层的结合强度与服役寿命较低。并且涂层中氧化物杂质的存在造成涂层在高压工况下长时间工作时,极易发生粘结磨损、磨粒磨损问题,导致涂层开裂剥离失效。

[0068] 基于上述问题,本申请第一方面提供了一种固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的制备方法,包括:

[0069] 在惰性气氛下,将银原料进行雾化得到银粉,所述银粉进行气流分级,得到目标银粉;

[0070] 将基体进行极化预处理、极化处理、预热,得到待喷涂基体;

[0071] 采用等离子喷涂法将所述目标银粉喷涂在所述待喷涂基体的表面,形成涂层。

[0072] 在一些实施例中,所述固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的制备方法满足以下条件中的至少一个:

[0073] A. 所述雾化前,在真空或惰性气氛下,采用银对容器进行清洗,所述银包括为所述银原料、所述银粉和所述目标银粉中的一种或多种;

[0074] 所述清洗的次数为1次-3次;

[0075] 在一些示例中,清洗的次数可以为1次、2次或者3次;

[0076] B. 所述银原料的纯度 $\geq 99.999\%$;

[0077] 在一些示例中,银原料的纯度可以为99.999%、99.9999%、99.99999%或者 $\geq 99.999\%$ 的任意值;

[0078] C. 所述目标银粉的粒度范围为 $5\mu\text{m}$ - $38\mu\text{m}$;

[0079] 在一些示例中,目标银粉的粒度范围可以为 $5\mu\text{m}$ 、 $8\mu\text{m}$ 、 $10\mu\text{m}$ 、 $15\mu\text{m}$ 、 $20\mu\text{m}$ 、 $25\mu\text{m}$ 、 $30\mu\text{m}$ 、 $35\mu\text{m}$ 、 $38\mu\text{m}$ 或者 $5\mu\text{m}$ - $38\mu\text{m}$ 之间的任意值;

[0080] D. 所述目标银粉的氧含量为100ppm-300ppm;

[0081] 在一些示例中,目标银粉的氧含量可以为100ppm、150ppm、200ppm、250ppm、300ppm或者100ppm-300ppm之间的任意值;

[0082] E. 所述极化预处理的终点真空度为10mbar-35mbar;

- [0083] 在一些示例中,极化预处理的终点真空度可以为10mbar、15mbar、20mbar、25mbar、30mbar、35mbar或者10mbar-35mbar之间的任意值;
- [0084] 需要注意的是,极化预处理的终点真空度设置在10mbar-35mbar范围内,该真空条件下的真空度高,能够及时将极化后的杂质抽走,表面洁净无污染,能有效的与涂层结合。
- [0085] F.所述极化预处理的真空氧含量小于1000ppm。
- [0086] 在一些示例中,极化预处理的真空氧含量可以为0.0001ppm、0.001ppm、0.01ppm、0.1ppm、1ppm、10ppm、100ppm、200ppm、500ppm、999ppm或者小于1000ppm的任意值。
- [0087] 需要注意的是,极化预处理的真空氧含量小于1000ppm,氧含量越低,就不易产生氧化物,氧化物为硬质颗粒对涂层不利。
- [0088] 在一些实施例,所述极化预处理的过程包括:
- [0089] 第一循环:将所述基体置于等离子喷涂设备的真空舱内,真空度抽至0.001mbar-0.05mbar;
- [0090] 在一些示例中,将基体置于等离子喷涂设备的真空舱内,真空度可以抽至0.001mbar、0.005mbar、0.01mbar、0.02mbar、0.03mbar、0.04mbar、0.05mbar或者0.001mbar-0.05mbar之间的任意值;
- [0091] 用所述惰性气体进行回填至100mbar-300mbar;
- [0092] 在一些示例中,用惰性气体进行回填可以至100mbar、150mbar、200mbar、250mbar、300mbar或者100mbar-300mbar之间的任意值;
- [0093] 第二循环:再次抽真空至0.001mbar-0.05mbar;
- [0094] 在一些示例中,再次抽真空可以至0.001mbar、0.005mbar、0.01mbar、0.02mbar、0.03mbar、0.04mbar、0.05mbar或者0.001mbar-0.05mbar之间的任意值;
- [0095] 用所述惰性气体进行回填得到所述终点真空度。
- [0096] 在一些实施例中,所述第一循环的次数为3次-5次。
- [0097] 在一些示例中,第一循环的次数可以为3次、4次或者5次。
- [0098] 在一些实施例中,所述固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的制备方法满足以下条件中的至少一个:
- [0099] A.使用具有极化功能的枪体进行所述极化处理,所述基体作为阳极,所述枪体作为阴极;
- [0100] 需要注意的是,使用具有极化功能的枪体进行极化处理,该极化处理中基体作为阳极,枪体作为阴极,具有极化功能的枪体能够将电压聚集到喷枪上,可以与阳极进行放电,放电过程中可以将基体材料的氧化皮烧掉,极化过程即给阴阳极通电,阴阳极之间存在电压,放电反应,将氧化皮烧掉。
- [0101] B.所述极化处理的电压为60V-100V;
- [0102] 在一些示例中,极化处理的电压可以为60V、65V、70V、75V、80V、85V、90V、95V、100V或者60V-100V之间的任意值;
- [0103] 需要注意的是,极化处理的电压在60V-100V范围内,该范围极化后材料表面氧化物含量低。
- [0104] C.所述极化处理的电流为180A-220A;
- [0105] 在一些示例中,极化处理的电流可以为180A、185A、190A、195A、200A、205A、210A、

215A、220A或者180A-220A之间的任意值；

[0106] 需要注意的是,极化处理的电流在180A-220A范围内,该电流条件下烧蚀充分。

[0107] D.所述极化处理的振幅为15A-20A；

[0108] 在一些示例中,极化处理的振幅可以为15A、16A、17A、18A、19A、20A或者15A-20A之间的任意值；

[0109] 需要注意的是,极化处理的振幅为15A-20A,基体表面粗糙度均匀；

[0110] E.所述极化处理的喷枪移动速度为1m/s-1.5m/s。

[0111] 在一些示例中,极化处理的喷枪移动速度可以为1m/s、1.1m/s、1.2m/s、1.3m/s、1.4m/s、1.5m/s或者1m/s-1.5m/s之间的任意值；

[0112] 需要注意的是,极化处理的喷枪移动速度在1m/s-1.5m/s范围内,该移动速度能够有效全面去除表面氧化物,形成的表面粗糙度能够提高结合强度；

[0113] 在一些实施例中,所述固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的制备方法满足以下条件中的至少一个：

[0114] A.所述预热的温度为300°C-500°C,所述预热的时间为2min-5min；

[0115] 在一些示例中,预热的温度可以为300°C、350°C、400°C、450°C、500°C或者300°C-500°C之间的任意值,预热的时间可以为2min、3min、4min、5min或者2min-5min之间的任意值；

[0116] 需要注意的是,预热温度和预热时间在上述范围内能够使得银粒子充分铺展。

[0117] B.所述预热的等离子喷枪的功率为35kw-70kw；

[0118] 在一些示例中,预热的等离子喷枪的功率可以为35kw、40kw、45kw、50kw、55kw、60kw、65kw、70kw或者35kw-70kw之间的任意值；

[0119] 需要注意的是,预热的等离子喷枪的功率在35kw-70kw范围内,能够满足预热温度。

[0120] C.所述预热的吹扫距离为350mm-600mm；

[0121] 在一些示例中,预热的吹扫距离可以为350mm、400mm、450mm、500mm、550mm、600mm或者350mm-600mm之间的任意值；

[0122] 需要注意的是,预热的吹扫距离在350mm-600mm范围内,等离子焰流长度能够实现工件温度；

[0123] D.所述预热的速度为500mm/s-1500mm/s。

[0124] 在一些示例中,预热的速度可以为500mm/s、600mm/s、700mm/s、800mm/s、900mm/s、1000mm/s、1100mm/s、1200mm/s、1300mm/s、1400mm/s、1500mm/s或者500mm/s-1500mm/s之间的任意值。

[0125] 需要注意的是,预热的速度在500mm/s-1500mm/s范围内,能够有效预热且不烧蚀表面。

[0126] 在一些实施例中,所述固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的制备方法满足以下条件中的至少一个：

[0127] A.所述喷涂的功率为40KW-60KW；

[0128] 在一些示例中,喷涂的功率可以为40KW、45KW、50KW、55KW、60KW或者40KW-60KW之间的任意值；

- [0129] 需要注意的是,喷涂的功率在40KW-60KW范围内,目标银粉粒子的熔化特性最优;
- [0130] B.所述喷涂的距离为300mm-600mm;
- [0131] 在一些示例中,喷涂的距离可以为300mm、350mm、400mm、450mm、500mm、550mm、600mm或者300mm-600mm之间的任意值;
- [0132] 需要注意的是,喷涂的距离在300mm-600mm范围内,目标银粉粒子铺展更充分,产生的孔隙就越少;
- [0133] C.所述喷涂至少添加两种所述惰性气氛,所述喷涂中的惰性气体为85L/min-120L/min;
- [0134] 在一些示例中,喷涂中的惰性气体可以为85L/min、90L/min、95L/min、100L/min、105L/min、110L/min、105L/min、110L/min、115L/min、120L/min或者85L/min-120L/min之间的任意值;
- [0135] 需要注意的是,喷涂至少添加两种所述惰性气氛,能够减少氧化,并且当只有单一惰性气氛时,气氛弧不稳定,热量不足。
- [0136] D.所述喷涂的等离子体焰流长度为350mm-1000mm;
- [0137] 在一些示例中,喷涂的等离子体焰流长度可以为350mm、400mm、450mm、500mm、550mm、600mm、650mm、700mm、750mm、800mm、850mm、900mm、950mm、1000mm或者350mm-1000mm之间的任意值;
- [0138] 需要注意的是,喷涂的等离子体焰流长度在350mm-1000mm范围内,目标银粉粒子能够在该状态条件下充分熔化。
- [0139] E.所述喷涂的等离子体焰流直径为150mm-350mm;
- [0140] 在一些示例中,喷涂的等离子体焰流直径可以为150mm、200mm、250mm、300mm、350mm或者150mm-350mm之间的任意值;
- [0141] 需要注意的是,喷涂的等离子体焰流直径在150mm-350mm范围内,粉末中的所有粒子能够充分熔化;
- [0142] F.所述喷涂结束,回填惰性气体,进行冷却;
- [0143] G.所述喷涂的真空度为20mbar-25mbar。
- [0144] 在一些示例中,喷涂的真空度可以为20mbar、21mbar、22mbar、23mbar、24mbar、25mbar或者20mbar-25mbar之间的任意值。
- [0145] 在一些实施例中,所述固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的制备方法满足以下条件中的至少一个:
- [0146] A.所述喷涂中的所述惰性气氛中包括氩气和氦气,所述氩气为80L/min-110L/min,所述氦气为5L/min-10L/min;
- [0147] 在一些示例中,喷涂中的氩气可以为80L/min、85L/min、90L/min、95L/min、100L/min、105L/min、110L/min或者80L/min-110L/min之间的任意值,氦气可以为5L/min、6L/min、7L/min、8L/min、9L/min、10L/min或者5L/min-10L/min之间的任意值;
- [0148] 需要注意的是,当氩气为80L/min-110L/min,氦气为5L/min-10L/min时,熔化粒子的飞行速度最优,氦气在该状态条件下所提供的热晗能够有效的将所有粒子熔化;
- [0149] B.所述冷却的真空度为450mbar-600mbar;
- [0150] 在一些示例中,冷却的真空度可以为450mbar、500mbar、550mbar、600mbar或者

450mbar-600mbar之间的任意值；

[0151] 需要注意的是,冷却的真空度在450mbar-600mbar范围内,涂层不会氧化；

[0152] C.所述冷却的速度为1°C-10°C,所述冷却的时间为10min-30min。

[0153] 在一些示例中,冷却的速度可以为1°C/min、2°C/min、3°C/min、4°C/min、5°C/min、6°C/min、7°C/min、8°C/min、9°C/min、10°C/min或者1°C/min -10°C/min之间的任意值,冷却时间可以为10min、15min、20min、25min、30min或者10min-30min之间的任意值。

[0154] 需要注意的是,冷却的速度在1°C/min-10°C/min范围内,该冷却速度能够有效的较少涂层内的应力。

[0155] 本申请第二方面提供一种固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层,采用所述固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的制备方法制备得到,满足以下条件中的至少一个：

[0156] A.所述固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的厚度为0.005mm-5mm；

[0157] 在一些示例中,固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的厚度可以为0.005mm、0.01mm、0.05mm、0.1mm、0.5mm、1mm、5mm或者0.005mm-5mm之间的任意值；

[0158] B.所述固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的孔隙率 $<0.5\%$ ；

[0159] 在一些示例中,固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的孔隙率可以为0.001%、0.01%、0.1%、0.2%、0.3%、0.4%或者 $<0.5\%$ 的任意值；

[0160] C.所述固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的氧含量 $<0.05\%$ ；

[0161] 在一些示例中,固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的氧含量可以为0.001%、0.01%、0.02%、0.03%、0.04%、0.05%或者 $<0.05\%$ 的任意值；

[0162] D.所述固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的结合强度 $>70\text{Mpa}$ 。

[0163] 在一些示例中,固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的结合强度可以为80Mpa、90Mpa、100Mpa、500Mpa、1000Mpa、2000Mpa或者 $>70\text{Mpa}$ 的任意值。

[0164] 本申请第三方面提供一种涂层工件,包括所述固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层。

[0165] 下面将结合具体实施例对本申请的实施方案进行详细描述,但是本领域技术人员将会理解,下列实施例仅用于说明本申请,而不应视为限制本申请的范围。实施例中未注明具体条件者,按照常规条件或制造商建议的条件进行。所用试剂或仪器未注明生产厂商者,均为可以通过市售购买获得的常规产品。

[0166] 实施例1

[0167] 本实施例第一方面提供一种固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的制备方法,包括：

[0168] 步骤1:在惰性气氛下采用银进行洗罐,洗罐的次数为3次；

[0169] 步骤2:采用银原料块体,其中,Ag纯度 $\geq 99.999\%$,杂质含量 $\leq 0.001\%$,在氩气气氛下采用真空雾化设备制备Ag粉末,Ag粉末采用气流分级机对粉末进行气流分级,得到目标银粉,将目标银粉真空包装,转运到真空等离子喷涂设备,用于后续喷涂,采用氩气保护气氛加装；

[0170] 步骤3:将化工挤压造粒基材放置在真空等离子喷涂设备中,抽真空到0.001mbar,回填氩气到300mbar,如此反复3次,最后一次控制真空度在25mbar,真空氧含量100ppm；

[0171] 步骤4:采用的真空等离子喷涂设备对化工挤压造粒基材进行极化处理,将等离子喷枪更换具有极化功能的枪体,对化工挤压造粒基材以线速度1.5m/s的速度进行极化处理,极化电压为80V,极化电流为180A-220A,极化振幅为20A,极化后的基材材料无氧化物及杂质;

[0172] 步骤5:采用的真空等离子喷涂设备对化工挤压造粒基材进行预热,处理温度到400°C,预热的时间为5min,使用等离子喷枪焰流对基材表面进行快速吹扫预热,其中控制喷枪功率为55kw,吹扫距离为500mm,吹扫速度为800mm/s;

[0173] 步骤6:对预热好的化工挤压造粒基材进行喷涂,真空度控制在20mbar,喷涂距离控制在500mm,喷涂功率控制在50KW,喷涂的等离子体焰流长度为800mm,等离子体焰流直径为230mm,氩气为90L/min,氦气为8L/min;

[0174] 步骤7:喷涂结束后,将等离子喷枪关闭,回填氩气至真空度540mbar,冷却速度控制在4°C/min,冷却时间为18min;

[0175] 第二方面提供一种固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层,由上述固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的制备方法得到;

[0176] 第三方面提供一种涂层工件,包括上述喷涂固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的化工挤压造粒基材;

[0177] 对本实施例得到的固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层进行测试,结果如表1所示;

[0178] 本实施例中Ag粉末粒度SEM图如图1所示;

[0179] 本实施例中得到的低氧含量高致密结构高润滑Ag涂层的截面图如图2所示;

[0180] 本实施例中制备的涂层工件实物图如图3所示。

[0181] 实施例2

[0182] 本实施例第一方面提供一种固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的制备方法,包括:

[0183] 步骤1:在惰性气氛下采用银进行洗罐,洗罐的次数为3次;

[0184] 步骤2:采用银原料块体,其中,Ag纯度 $\geq 99.999\%$,杂质含量 $\leq 0.001\%$,在氩气气氛下采用真空雾化设备制备Ag粉末,Ag粉末采用气流分级机对粉末进行气流分级,得到目标银粉,将目标银粉真空包装,转运到真空等离子喷涂设备,用于后续喷涂,采用氩气保护气氛加装;

[0185] 步骤3:将喷涂的基体材料放置在真空等离子喷涂设备中,抽真空到0.001mbar,回填氩气到170mbar,如此反复5次,最后一次控制真空度在10mbar,真空氧含量50ppm;

[0186] 步骤4:采用的真空等离子喷涂设备对基体材料进行极化处理,将等离子喷枪更换具有极化功能的枪体,对基体材料以线速度1.5m/s的速度进行极化处理,极化电压为100V,极化电流为180A-220A,极化振幅为20A,极化后的基材材料无氧化物及杂质;

[0187] 步骤5:采用的真空等离子喷涂设备对基体材料进行预热,处理温度到400°C,预热的时间为5min,使用等离子喷枪焰流对基材表面进行快速吹扫预热,其中控制喷枪功率为45kw,吹扫距离为350mm,吹扫速度为1500mm/s;

[0188] 步骤6:对预热好的基体材料进行喷涂,真空度控制在25mbar,喷涂距离控制在300mm,喷涂功率控制在54KW,喷涂的等离子体焰流长度为400mm,等离子体焰流直径为

150mm,氩气为85L/min,氦气为9L/min;

[0189] 步骤7:喷涂结束后,将等离子喷枪关闭,回填氩气至真空度580mbar,冷却速度控制在6°C/min,冷却时间为17min;

[0190] 第二方面提供一种固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层,由上述固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的制备方法得到;

[0191] 第三方面提供一种涂层工件,包括上述喷涂固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的基体材料;

[0192] 对本实施例得到的涂层进行测试,结果如表1所示。

[0193] 实施例3

[0194] 本实施例第一方面提供一种固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的制备方法,包括:

[0195] 步骤1:在惰性气氛下采用银进行洗罐,洗罐的次数为3次;

[0196] 步骤2:采用银原料块体,其中,Ag纯度 $\geq 99.999\%$,杂质含量 $\leq 0.001\%$,在氩气气氛下采用真空雾化设备制备Ag粉末,Ag粉末采用气流分级机对粉末进行气流分级,得到目标银粉,将目标银粉真空包装,转运到真空等离子喷涂设备,用于后续喷涂,采用氩气保护气氛加装;

[0197] 步骤3:将喷涂的基体材料放置在真空等离子喷涂设备中,抽真空到0.001mbar,回填氩气到300mbar,如此反复3次,最后一次控制真空度在15mbar,真空氧含量10ppm;

[0198] 步骤4:采用的真空等离子喷涂设备对基体材料进行极化处理,将等离子喷枪更换具有极化功能的枪体,对基体材料以线速度1.5m/s的速度进行极化处理,极化电压为90V,极化电流为180A-220A,极化振幅为20A,极化后的基体材料无氧化物及杂质;

[0199] 步骤5:采用的真空等离子喷涂设备对基体材料进行预热,处理温度到480°C,预热的时间为3min,使用等离子喷枪焰流对基体表面进行快速吹扫预热,其中控制喷枪功率为65kw,吹扫距离为400mm,吹扫速度为800mm/s;

[0200] 步骤6:对预热好的基体进行喷涂,真空度控制在20mbar,喷涂距离控制在500mm,喷涂功率控制在45KW,喷涂的等离子体焰流长度为750mm,等离子体焰流直径为230mm,氩气为108L/min,氦气为6L/min;

[0201] 步骤7:喷涂结束后,将等离子喷枪关闭,回填氩气至真空度530mbar,冷却速度控制在5°C/min,冷却时间为15min;

[0202] 第二方面提供一种固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层,由上述固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的制备方法得到;

[0203] 第三方面提供一种涂层工件,包括上述喷涂固-固润滑的低氧化高致密结构长润滑寿命银涂层的基体材料;

[0204] 对本实施例得到的涂层进行测试,结果如表1所示。

[0205] 对比例1

[0206] 本对比例第一方面提供一种银涂层的制备方法,与实施例1的区别在于:本对比例不进行步骤3极化预处理步骤,其他条件与对比例一致;

[0207] 第二方面提供一种涂层,由上述银涂层的制备方法得到;

[0208] 对本对比例得到的涂层进行测试,结果如表1所示。

[0209] 对比例2

[0210] 本对比例第一方面提供一种银涂层的制备方法,与实施例1的区别在于:本对比例步骤3极化预处理最后一次控制真空度为50mbar,其他条件与对比例一致;

[0211] 第二方面提供一种涂层,由上述银涂层的制备方法得到;

[0212] 对本对比例得到的涂层进行测试,结果如表1所示。

[0213] 对比例3

[0214] 本对比例第一方面提供一种银涂层的制备方法,与实施例1的区别在于:本对比例步骤3极化预处理最后一次控制真空度为55mbar,真空氧含量为5000ppm,其他条件与对比例一致;

[0215] 第二方面提供一种涂层,由上述银涂层的制备方法得到;

[0216] 对本对比例得到的涂层进行测试,结果如表1所示。

[0217] 对比例4

[0218] 本对比例第一方面提供一种银涂层的制备方法,与实施例1的区别在于:本对比例不进行步骤4的极化处理,其他条件与对比例一致;

[0219] 第二方面提供一种涂层,由上述银涂层的制备方法得到;

[0220] 对本对比例得到的涂层进行测试,结果如表1所示。

[0221] 对比例5

[0222] 本对比例第一方面提供一种银涂层的制备方法,与实施例1的区别在于:本对比例将步骤3和步骤4的极化预处理和极化处理替换为喷砂处理,其他条件与对比例一致;

[0223] 第二方面提供一种涂层,由上述银涂层的制备方法得到;

[0224] 对本对比例得到的涂层进行测试,结果如表1所示。

[0225] 对比例6

[0226] 本对比例第一方面提供一种银涂层的制备方法,与实施例1的区别在于:本对比例将步骤4的极化处理的极化电压为120V,其他条件与对比例一致;

[0227] 第二方面提供一种涂层,由上述银涂层的制备方法得到;

[0228] 对本对比例得到的涂层进行测试,结果如表1所示。

[0229] 对比例7

[0230] 本对比例第一方面提供一种银涂层的制备方法,与实施例1的区别在于:本对比例将步骤4的极化处理的极化电流为290A,其他条件与对比例一致;

[0231] 第二方面提供一种涂层,由上述银涂层的制备方法得到;

[0232] 对本对比例得到的涂层进行测试,结果如表1所示。

[0233] 对比例8

[0234] 本对比例第一方面提供一种银涂层的制备方法,与实施例1的区别在于:本对比例将步骤4的极化处理的基体材料线速度为0.5m/s,其他条件与对比例一致;

[0235] 第二方面提供一种涂层,由上述银涂层的制备方法得到;

[0236] 对本对比例得到的涂层进行测试,结果如表1所示。

[0237] 对比例9

[0238] 本对比例第一方面提供一种银涂层的制备方法,与实施例1的区别在于:本对比例将步骤4的极化振幅为40A,其他条件与对比例一致;

- [0239] 第二方面提供一种涂层,由上述银涂层的制备方法得到;
- [0240] 对本对比例得到的涂层进行测试,结果如表1所示。
- [0241] 对比例10
- [0242] 本对比例第一方面提供一种银涂层的制备方法,与实施例1的区别在于:本对比例将步骤5预热的处理温度为600°C,其他条件与对比例一致;
- [0243] 第二方面提供一种涂层,由上述银涂层的制备方法得到;
- [0244] 对本对比例得到的涂层进行测试,结果如表1所示。
- [0245] 对比例11
- [0246] 本对比例第一方面提供一种银涂层的制备方法,与实施例1的区别在于:本对比例将步骤5预热的喷枪功率为28kw,其他条件与对比例一致;
- [0247] 第二方面提供一种涂层,由上述银涂层的制备方法得到;
- [0248] 对本对比例得到的涂层进行测试,结果如表1所示。
- [0249] 对比例12
- [0250] 本对比例第一方面提供一种银涂层的制备方法,与实施例1的区别在于:本对比例将步骤6喷涂的喷涂距离为700mm,其他条件与对比例一致;
- [0251] 第二方面提供一种涂层,由上述银涂层的制备方法得到;
- [0252] 对本对比例得到的涂层进行测试,结果如表1所示。
- [0253] 对比例13
- [0254] 本对比例第一方面提供一种银涂层的制备方法,与实施例1的区别在于:本对比例将步骤6喷涂的喷涂功率为30KW,其他条件与对比例一致;
- [0255] 第二方面提供一种涂层,由上述银涂层的制备方法得到;
- [0256] 对本对比例得到的涂层进行测试,结果如表1所示。
- [0257] 对比例14
- [0258] 本对比例第一方面提供一种银涂层的制备方法,与实施例1的区别在于:本对比例将步骤6喷涂的等离子体焰流长度为300mm,其他条件与对比例一致;
- [0259] 第二方面提供一种涂层,由上述银涂层的制备方法得到;
- [0260] 对本对比例得到的涂层进行测试,结果如表1所示。
- [0261] 对比例15
- [0262] 本对比例第一方面提供一种银涂层的制备方法,与实施例1的区别在于:本对比例将步骤6喷涂的等离子体焰流直径为100mm,其他条件与对比例一致;
- [0263] 第二方面提供一种涂层,由上述银涂层的制备方法得到;
- [0264] 对本对比例得到的涂层进行测试,结果如表1所示。
- [0265] 对比例16
- [0266] 本对比例第一方面提供一种银涂层的制备方法,与实施例1的区别在于:本对比例将步骤6喷涂的惰性气体仅为氩气,其他条件与对比例一致;
- [0267] 第二方面提供一种涂层,由上述银涂层的制备方法得到;
- [0268] 对本对比例得到的涂层进行测试,结果如表1所示。
- [0269] 对比例17
- [0270] 本对比例第一方面提供一种银涂层的制备方法,与实施例1的区别在于:本对比例

将步骤7冷却的速度为20°C/min,其他条件与对比例一致;

[0271] 第二方面提供一种涂层,由上述银涂层的制备方法得到;

[0272] 对本对比例得到的涂层进行测试,结果如表1所示。

[0273] 对比例18

[0274] 本对比例第一方面提供一种银涂层的制备方法,与实施例1的区别在于:本对比例将步骤7冷却中回填氩气至真空度为300mbar,其他条件与对比例一致;

[0275] 第二方面提供一种涂层,由上述银涂层的制备方法得到;

[0276] 对本对比例得到的涂层进行测试,结果如表1所示。

[0277] 对实施例和对比例涂层的厚度、孔隙率、氧含量、结合强度和致密度进行测试,测试如表1所示;

[0278] 孔隙率测试方法:采用二相面积法测试孔隙率;

[0279] 氧含量测试方法:采用脉冲加热情气熔融-红外吸收法测试氧含量;

[0280] 结合强度测试方法:根据GBT8642-2002热喷涂-抗拉结合强度的测定标准进行测试;

[0281] 致密度测试方法:采用压汞法进行致密度测试。

[0282] 表1涂层性能测试

	厚度(mm)	孔隙率(%)	氧含量 (%)	结合强度 MPA	致密度 (%)
实施例 1	1	0.1	0.01	80	0.1
实施例 2	1	0.2	0.03	85	0.2
实施例 3	1	0.4	0.01	78	0.4
对比例 1	1	0.1	0.8	40	0.1
对比例 2	1	3	0.9	53	3.5
对比例 3	1	2	1	48	2.2
对比例 4	1	0.1	0.01	55	0.1
对比例 5	1	0.1	0.5	60	0.1
对比例 6	1	0.1	0.01	65	0.1
[0283] 对比例 7	1	0.1	0.01	35	0.1
对比例 8	1	0.1	0.01	45	0.1
对比例 9	1	0.1	0.01	38	0.1
对比例 10	1	0.1	0.02	35	0.1
对比例 11	1	0.1	0.02	37	0.1
对比例 12	1	0.1	0.02	45	0.1
对比例 13	1	0.1	0.02	39	0.1
对比例 14	1	0.1	0.02	57	0.1
对比例 15	1	3	0.02	25	3.3
对比例 16	1	5	0.05	27	5.6
对比例 17	1	0.1	0.01	10	0.1
对比例 18	1	0.1	0.01	67	0.1

[0284] 上述测试结果可知,对比例测试结果均差于实施例;

[0285] 其中,对比例1不进行极化预处理步骤,导致结合强度下降,界面结合不好,氧含量增加;

[0286] 对比例2的极化预处理中最后一次控制真空度为50mbar,不在10-35mbar范围内,则导致孔隙率增加,氧含量增加,结合强度下降,致密度不够;

[0287] 对比例3极化预处理中最后一次控制真空度为55mbar,真空氧含量为5000ppm时,

则导致氧含量升高,孔隙率升高,结合强度下降;

[0288] 对比例4不进行极化处理,则导致结合强度下降;

[0289] 对比例5替换为喷砂处理,会导致结合强度下降;

[0290] 对比例6极化处理的极化电压为120V时,会导致基体结合强度降低;

[0291] 对比例7极化处理的极化电流为290A时,会导致基体表面烧蚀,结合强度下降;

[0292] 对比例8极化处理的基体材料线速度为0.5m/s时,会导致基体结合强度下降;

[0293] 对比例9极化振幅为40A时,烧蚀严重,结合强度下降;

[0294] 对比例10预热的处理温度为600°C时,预热温度提高,应力增加,结合强度下降;

[0295] 对比例11预热的喷枪功率为28kw时,功率低,粉末熔化不充分,结合强度降低;

[0296] 对比例12喷涂的喷涂距离为700mm,喷涂距离改变,结合强度下降;

[0297] 对比例13喷涂的喷涂功率为30KW时,结合强度下降;

[0298] 对比例14喷涂的等离子体焰流长度为300mm时,结合强度略有下降;

[0299] 对比例15喷涂的等离子体焰流直径为100mm时,焰流小,能量密度小,孔隙率升高,结合强度低;

[0300] 对比例16喷涂的惰性气体仅为氩气时,能量不足,粉末熔化不充分,孔隙率升高,结合强度下降;

[0301] 对比例17冷却的速度为20°C/min时,冷却速度提高,应力释放不出,结合强度严重降低;

[0302] 对比例18步骤7冷却中回填氩气至真空度为300mbar时,导致结合强度下降。

[0303] 最后应说明的是:以上各实施例仅用以说明本申请的技术方案,而非对其限制;尽管参照前述各实施例对本申请进行了详细的说明,本领域的普通技术人员应当理解:其依然可以对前述各实施例所记载的技术方案进行修改,或者对其中部分或者全部技术特征进行等同替换;而这些修改或者替换,并不使相应技术方案的本质脱离本申请各实施例技术方案的范围。

[0304] 此外,本领域的技术人员能够理解,尽管在此的一些实施例包括其它实施例中所包括的某些特征而不是其它特征,但是不同实施例的特征的组合意味着处于本申请的范围之内并且形成不同的实施例。例如,在上面的权利要求书中,所要求保护的实施例的任意之一都可以以任意的组合方式来使用。公开于该背景技术部分的信息仅仅旨在加深对本申请的总体背景技术的理解,而不应当被视为承认或以任何形式暗示该信息构成已为本领域技术人员所公知的现有技术。

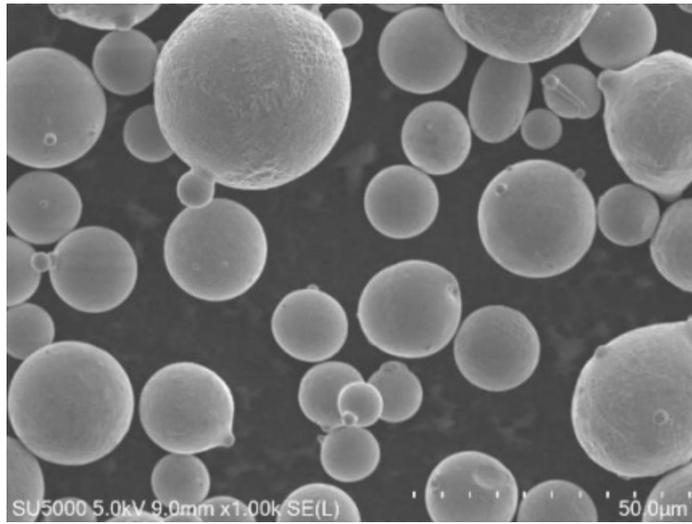


图1

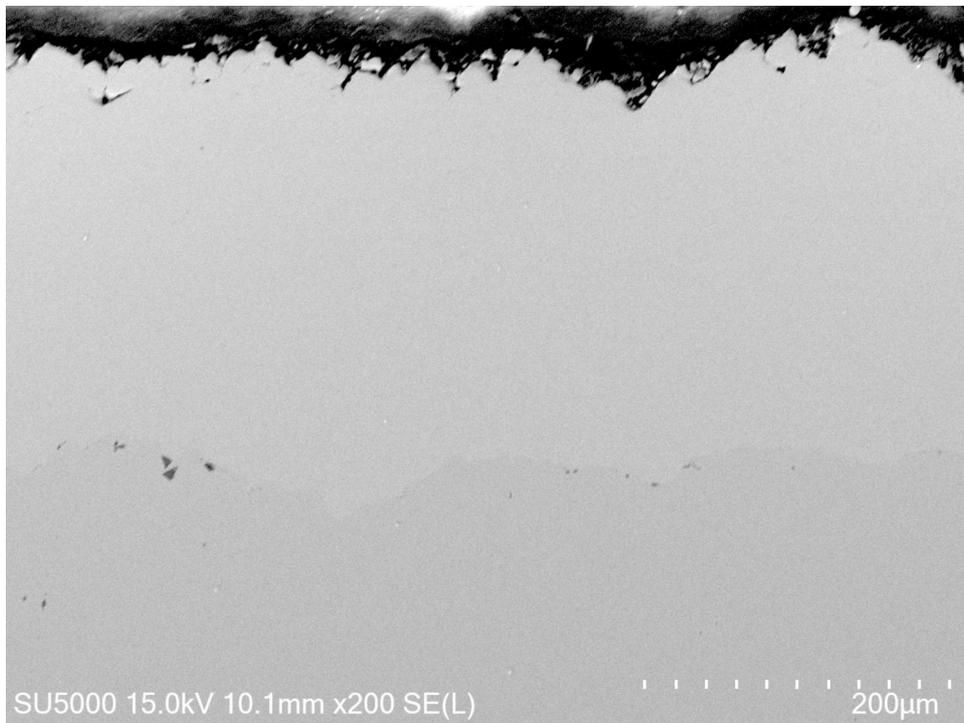


图2



图3