

新型超高温稀土硅酸盐 EBC 涂层制备工艺优化试验

Environmental Properties of New SiC EBC for Ultra-High Temperature

■ 周子民 / 中国航发航材院 陈皓晖 / 中国人民解放军32382部队 王鑫 薛召露 / 安徽工业大学

近年来，高热效率的航空发动机、燃气轮机的研制备受重视，SiC/SiC等陶瓷基复合材料（CMC）取代镍基高温合金用作发动机、燃气轮机热端高温结构部件的研究也成为了行业热点。

陶瓷基复合材料（CMC）由于其表面形成了致密的氧化硅（ SiO_2 ），表现出优异的抗高温氧化性。但在发动机燃烧环境中，CMC表面会迅速产生凹陷，这是因为陶瓷表面的氧化层与水蒸气发生反应生成挥发性正硅酸，导致陶瓷基复合材料过早失效^[1-3]。因此，研制高性能的环境障碍涂层（EBC），以保护陶瓷基材料免遭高温水蒸气腐蚀十分必要。通过试验探索新型超高温稀土硅酸盐EBC的工艺优化，提升CMC表面防护涂层在1350℃条件下的抗热震性能，可有效延长涂层寿命。

涂层原料制备

稀土硅酸盐（ Yb_2SiO_5 ）因其优异的耐水蒸气腐蚀性、相对合适的热膨胀系数（CTE）和优异的相稳定性而受到极大关注，被认为是目前理想的EBC候选材料^[4-5]。大气等离子喷涂（APS）技术是制备EBC的有效方法之一，因为其具有沉积速率高、生产效率高、高等离子体羽流温度以及制备涂层比较致密且微观结构较均匀的优点^[6]。在这种制备方法中，影响涂层的微观结构的因素主要为

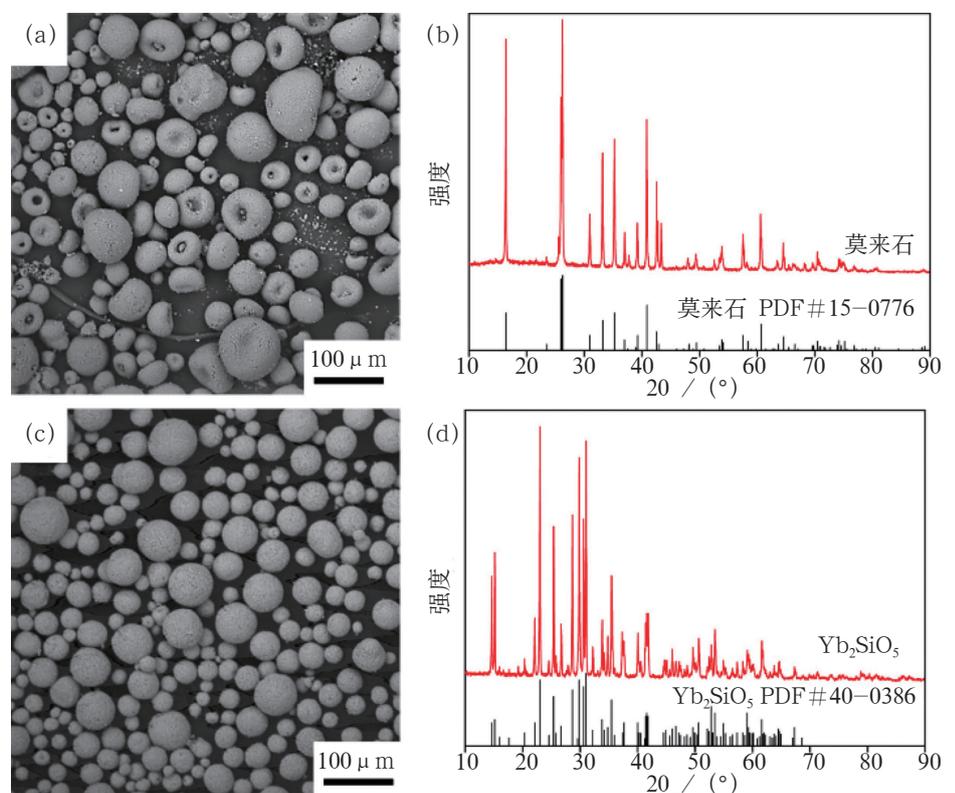


图1 莫来石和 Yb_2SiO_5 粉末的SEM图与XRD图谱

喷涂功率和主气流量等，对喷涂工艺优化的试验可从上述因素着手。

试验利用高温固相反应制备 Yb_2SiO_5 粉末，并采用喷雾造粒对莫来石（Mullite）粉末和高温固相合成的 Yb_2SiO_5 粉末进行颗粒重构，制备出团聚结构的喷涂粉末，它们的表面形貌扫描电子显微镜（SEM）图

分别如图1(a)和图1(c)所示。从图1(a)可以看出，团聚 Yb_2SiO_5 粉体外观球形度好，粉体表面疏松，这种粉体符合典型的喷雾造粒粉体特征。此外，莫来石、 Yb_2SiO_5 粉末的X射线衍射（XRD）图谱分别如图1(b)和图1(d)所示，分别将XRD图谱与莫来石、 Yb_2SiO_5 标准卡片进行对

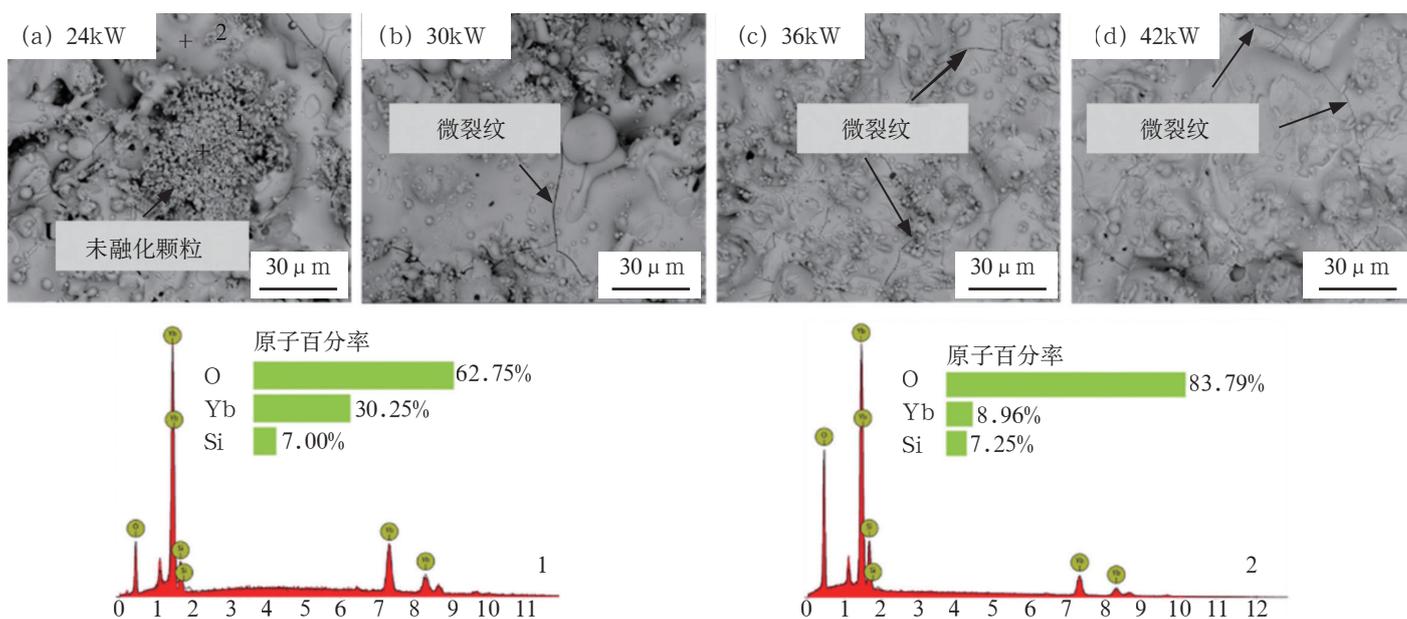


图2 不同喷涂功率下Yb₂SiO₅涂层的表面形貌SEM图

照，发现其主要衍射特征峰都能与标准卡片相符合，而且未发现其他杂质相衍射峰，表明这两种喷涂原料纯度较高。

涂层工艺优化

等离子喷涂参数控制着颗粒在喷涂过程中的飞行速度和温度，使得颗粒撞击到基体时呈现出不同的铺展状态，进而影响到涂层的微观组织。喷涂功率是影响颗粒温度和飞行速度的主要因素，喷涂功率越高，粉末颗粒熔化得越完全，喷射到基体表面的扁平化效果越好，涂层致密程度越高。因此，实验通过采用4种不同喷涂功率（24 kW、30 kW、36 kW、42 kW）的大气等离子喷涂工艺，来探究喷涂功率对等离子喷涂Yb₂SiO₅涂层表面形貌以及微观组织的影响（如图2所示），从而优选出合适的喷涂功率。

当喷涂功率为24 kW时，涂层表面存在大量的未熔或半熔颗粒以及微裂纹；随着喷涂功率增大，粉

末颗粒熔融得越完全，涂层表面质量更高。同时，对喷涂功率为24 kW的大气等离子喷涂获得的涂层使用能谱仪（EDS）进行分析。根据喷涂态涂层表面的XRD图谱显示，沉积态涂层表面主要为Yb₂O₃相，这是因为在等离子喷涂过程中，高温离子化的等离子体不仅可以熔化原料粉末，还容易导致Yb₂SiO₅中的蒸汽压较高的硅被优先挥发，形成贫硅熔滴。对比图1中的Yb₂SiO₅粉末的XRD图谱，沉积态涂层表面的XRD图谱在低2θ值（低于30°）处并未出现衍射特征峰，表明沉积态涂层表面存在非晶相。这是由于等离子喷涂过程中熔融颗粒的冷却速率过快导致，通过高温热处理可以促使无定形涂层结晶，后期水淬—热震后的XRD结果证明了这一点。

根据不同喷涂功率时Yb₂SiO₅涂层的截面SEM图（如图3所示）可以看出，当喷涂功率为24 kW时，涂层内含有较多的孔隙、裂纹等缺陷以及大量的未熔颗粒，涂层的致密度低；当喷涂功率为30 kW、36 kW时，涂层内裂纹、孔隙数量减少，涂层分层现象比较明显。而且喷涂功率为36 kW时，喷涂粉末融化效果好，熔融颗粒撞击表面时扁平化效果好，熔融颗粒薄片间的贴合更完整，涂层内的裂纹数量进一步减少，涂层致密度更高；但当喷涂功率提高至42 kW时，Yb₂SiO₅涂层分层不明显，涂层内存在少量的未熔颗粒，而且裂纹、孔隙等缺陷增加，涂层致密度较36 kW有所下降。不同喷涂功率喷涂Yb₂SiO₅涂层的孔隙率详见表1。

表1 不同喷涂功率下Yb₂SiO₅涂层的孔隙率

喷涂功率/kW	24	30	36	42
孔隙率/%	8.411185	4.905987	4.401609	4.421642

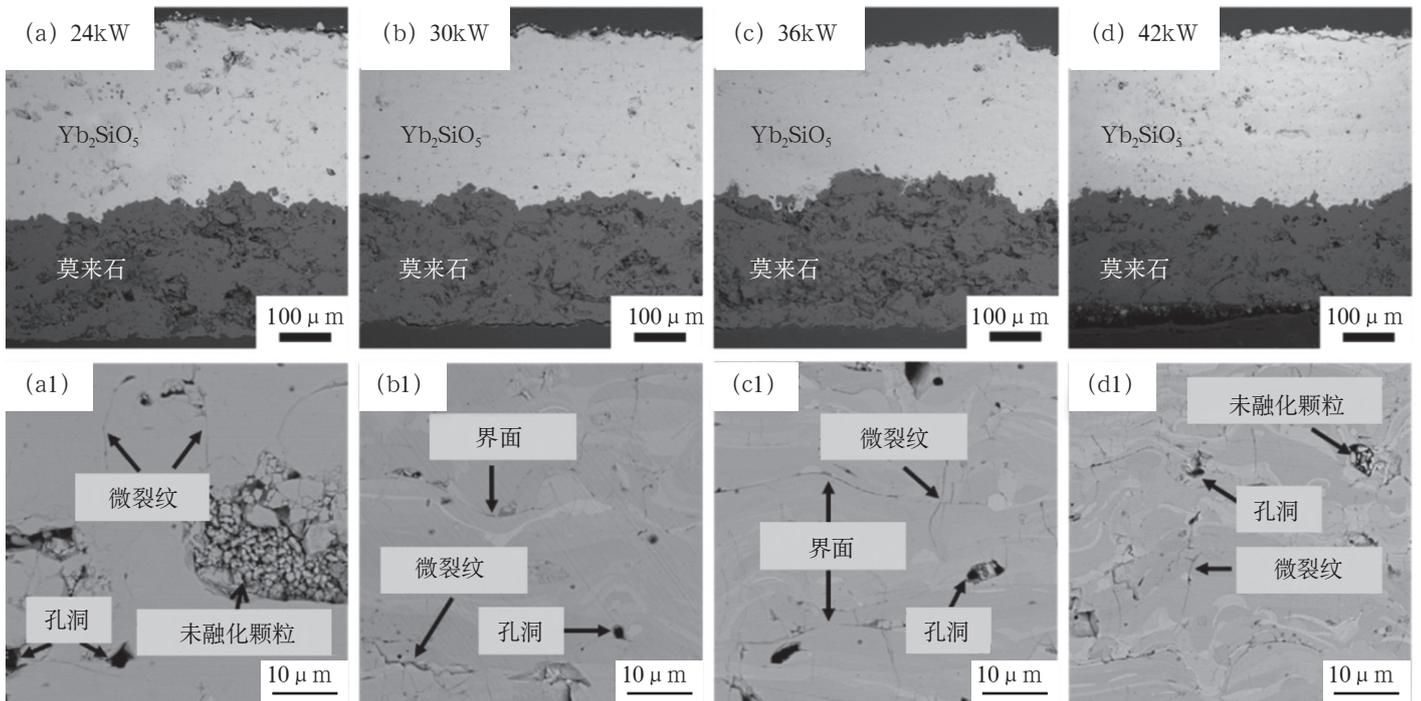


图3 不同喷涂功率下Yb₂SiO₅涂层的截面SEM图

效果测试

采用优化后的喷涂工艺参数沉积Yb₂SiO₅/莫来石双层涂层，并在1350℃的高温下对其进行水淬—热震测试。根据水淬—热震循环不同次数时Yb₂SiO₅涂层的宏观形貌可以看出，制备态涂层表面呈白色，水淬—热震循环后涂层表面颜色发生改变。但Yb₂SiO₅涂层经水淬—热震循环200次后，涂层并没有出现宏观裂纹与剥落，说明新型超高温EBC材料耐水气腐蚀性良好。

结束语

试验结果表明，调整等离子喷涂工艺的喷涂功率与主气流量，能够对涂层的显微结构产生影响。对涂层进行1350℃下的水淬—热震性能测试，证明采用优化工艺能够制备出更加致密、性能更好的涂层，可为涂层在发动机的应用提供进一步的

依据和保障。

航空动力

(周子民，中国航发航材院，工程师，主要从事热障/环境障碍涂层的设计研究与制备)

参考文献

- [1] More K L, Tortorelli P F, Ferber M K, et al. Observations of accelerated silicon carbide recession by oxidation at high water-vapor pressures[J]. Journal of the American ceramic society, 2000, 83(1): 211-3.
- [2] Jacobson N S. Corrosion of silicon-based ceramics in combustion environments[J]. Journal of the American ceramic society, 1993, 76(1):3-28.
- [3] Richards B T, Sehr S, Franqueville F D, et al. Fracture mechanisms of ytterbium monosilicate environmental barrier coatings during cyclic thermal exposure[J]. Acta materialia, 2016,

103:448-460.

- [4] Yue X, Hu X, Xu F, et al. Rare earth silicate environmental barrier coatings: Present status and prospective - science direct[J]. Ceramics international, 2017, 43(8):5847-5855.
- [5] Tejero-Martin D, Bennett C, Hussain T. A review on environmental barrier coatings: history, current state of the art and future developments[J]. Journal of the European ceramic society, 2020,(41):1747-1768.
- [6] Thirumalaikumarasamy D, Shanmugam K, Balasubramanian V. Influences of atmospheric plasma spraying parameters on the porosity level of alumina coating on AZ31B magnesium alloy using response surface methodology[J]. Progress in natural science: materials international, 2012, (5):468-479.