DOI:10.20038/j.cnki.mra.XXXX.00XX01



基于 YSZ 的电镀 Pt 复合涂层红外发射率探究

张景钦^{1,2},杨文超¹,湛永钟^{1*},侯振宁^{1,2},张小锋^{2*}

(1. 广西大学资源环境与材料学院/省部共建特色金属材料与组合结构全寿命安全国家重点实验室/有色金属及材料加工新技术教育部重点实验室,广西南宁 530004;2. 广东省科学院新材料研究所/现代材料表面工程技术国家工程实验室/广东省现代表面工程技术重点实验室,广东广州 510650)

摘要: 红外隐身是新一代战斗机设计中的重要考虑因素,尤其是在高温环境下,高温部件通常采用热障涂 层作为面层,而红外隐身则通过表面涂覆红外低发射率涂层实现。本文研究了不同涂层制备工艺对复合 涂层性能的影响。采用等离子喷涂-物理气相沉积(PS-PVD)技术和大气等离子喷涂(APS)技术,在 DZ40M高温合金基体上制备了不同厚度的7YSZ陶瓷层,并通过电弧离子镀技术制备了不同厚度的AI层, 以提高表面导电性便于电镀。AI层还能够增强涂层在真空热处理后的结合强度。最后,通过电镀法制备 了Pt金属层,作为红外低发射率层。研究表明,采用AI层连接电镀Pt层和YSZ热障层能够显著提高复合 涂层的结合强度。当AI/Pt的厚度比接近1:1时,采用APS工艺制备YSZ层,复合涂层在真空热处理后红 外发射率可以低至0.21,同时结合强度仍能达到41 MPa,且通过调整AI/Pt层的厚度比,结合强度可以提 高至53 MPa。若AI层过薄,Pt层可能出现微观翘起,若AI层过厚,则会导致Pt层微观层面产生起伏与空 洞,这两种情况均会影响复合涂层的红外性能与结合强度。若采用PS-PVD工艺制备YSZ层,复合涂层在 真空热处理后,红外发射率可以低至0.27,结合强度可达到68 MPa。

 关键词:APS;PS-PVD;热障涂层;YSZ;电镀;红外发射率;显微结构;结合强度

 中图分类号:TG174.445
 文献标志码:A
 文章编号:1673-9981(XXXX)XX-0001-09

引文格式:张景钦,杨文超,湛永钟,等.基于YSZ的电镀Pt复合涂层红外发射率探究[J].材料研究与应用,XXXX,XX(XX): 1-9.

ZHANG Jingqin, YANG Wenchao, ZHAN Yongzhong, et al. Exploration of Infrared Emissivity of Electroplated Pt Composite Coating Based on YSZ[J]. Materials Research and Application, XXXX, XX(XX):1-9.

随着飞机的发动机性能不断提升,推重比在不断增加,它的涡轮进口温度也在不断攀升。这使得 其具有更强的红外辐射强度,从而导致飞机更容易 被相关设备探测到。由红外物理学可知,在绝对零 度(-273.15°)以上的物体都会向外辐射红外能 量,物体的红外辐射能符合Stefan-Boltzmann定律, $E=\epsilon\sigma T^4$,其中, ϵ 为红外发射率,T为温度(K), σ 为 斯特凡玻尔兹曼常数^[1],由该式可知物体辐射能力 的大小由发射率和温度决定,所以降低物体表面发 射率和控制物体表面温度是实现红外隐身的基本途 径^[1]。但是为了保证飞行器具有足够的动力和推重 比,降低表面温度这一方式可行性不高。因此,通常 利用表面工程技术在目标表面涂覆一层耐高温红外 低发射率涂层来降低目标表面发射率实现红外隐 身。其中贵金属 Pt 具有低发射率和优异的高温稳 定性,制备工艺也较为成熟。同时,涂层在高温下长 时使用会面临高温氧化、热腐蚀和粒子冲刷等恶劣 环境,因此,为满足高温环境的需要,设计高温部件 的涂层材料时要综合考虑各方面因素的影响,以防 止涂层脱落。该类涂层材料一般使用耐高温低热导 的陶瓷材料作为面层^[2],达到降低目标表面红外发 射率的效果。这一类材料往往具有更高的耐热性, 在高温下可以长时间使用,其中 YSZ 具有优异的耐 温性,其离子电导率随温度升高而增大^[3],另外, YSZ 在高温下导热系数低,常被广泛用作 TBC,可 有效降低飞行器的温度^[4],但其红外发射率较贵金 属涂层高,导致其在红外隐身材料方面应用受限,因 此结合了二者优点的复合涂层在红外隐身材料方面

通信作者:湛永钟,博士,教授,研究方向为新材料设计,E-mail: zyzmatres@aliyun.com;张小锋,博士,教授级高工,研究方向为表面工程,E-mail: zxf200808@126.com

收稿日期:2024-06-05

作者简介:张景钦,硕士,研究方向为热喷涂,E-mail: jq18839663999@163.com

具有很大的潜力。且对于未来的航空发动机而言, 这一结构更能符合其对于未来战场与复杂形势的 需要^[5]。

APS和PS-PVD是两种制备YSZ涂层的常用 热喷涂方法。二者的工作原理不同,导致其制备的 涂层结构也大不相同。通常,APS方法制备的涂层 一般由熔融或半熔融的颗粒组成,故呈现典型的多 孔层状结构, PS-PVD方法制备的涂层则可以实现 液-固和气-液沉积,形成不同的涂层结构,其中比较 典型的是该方法制备出的独有的羽毛柱状结 构^[6-10]。红外性能受涂层的微观结构影响较大,因此 制备工艺也对复合涂层的红外发射率有较大影响。 另一方面,对于Pt层而言,由于贵金属具有较高的 经济价值,相对于其他表面处理技术,电镀具有成本 低、易操作、生产效率高等优势,且该工艺可以精确 地控制镀层的厚度和质量[11],但该工艺要求镀前表 面具有一定的导电性,因此对于复合涂层,电镀 Pt 层之前,YSZ涂层表面需要有一层导电膜层,其中 金属Al导电性好,且真空热处理后Al会和ZrO。原 位反应形成致密的 α -Al₂O₃层,有助于提高涂层的抗 高温氧化、粒子冲刷以及耐CMAS腐蚀性能,还可 增强两层膜层间的结合力[12],且真空热处理的工艺 可以解决Al元素熔点较低,无法进行高温应用的缺 陷。同时热处理后形成的Al₂O₃与Pt具有比较接近 的热膨胀系数^[13],因此对于中间层成分来说,Al是 很好的选择之一。对于该层膜来说,电弧离子镀技 术能够快速、高效地完成对金属材料表面的处理,在 短时间内获得良好的涂层质量。

在当前的研究工作中,采用 PS-PVD 和 APS 方 法在合金基底上制备了不同微观结构的样品,并在 样品上通过电弧离子镀涂覆一层 Al膜,通过电镀覆 盖一层 Pt 膜后进行真空热处理。尽管复合涂层在 性能上有一定优势,但基于其结合强度等种种原因, 迄今为止很少有研究对其进行报道。鉴于此,本文 重点研究了复合结构下不同涂层的微观结构和组成 对于其性能的影响。

- 1 实验部分
- 1.1 样品制备

样品的制备分4步进行。首先,实验采用镍铬 铝钇粉末(413.001, AMPERIT, Sweden)作为粘 结层、质量分数为7%的氧化钇稳定氧化锆粉末 (827.054, AMPERIT, Sweden)作为陶瓷层粉末, 进行热喷涂。DZ40M高温合金作为基材,尺寸 φ 25.4 mm,厚度6 mm。在等离子喷涂前,对每个基 体均喷砂硅粉(粒度355-425 µm),以提高涂层与 基体的结合强度^[14-20]。喷涂时分别采用 APS (Progressive Surface, Grand Rapids, USA)法与 PS-PVD (PS-PVD and LPPS Hybrid, Oerlikon-Metco, Switzerland)法制备不同厚度的7YSZ涂层, APS和PS-PVD的详细制造参数列于表1。陶瓷层 喷涂完成后采用全自动电弧离子镀膜机(J-1250,辽 宁锦州工业涂层设备厂,中国)制备不同厚度的Al 膜层,在制备铝膜层时,控制真空度小于5×10-3 Pa,对Al靶施加的磁场参数为8.0V、8.3Hz,偏压 设定为125—135 V、90%, 点靶电压为20 V, 电流为 70 A,样品加热温度为300 ℃,样品转台转速为2.0 $r \cdot min^{-1}$, 氩气流速为 0. 2 L · min⁻¹, 通过控制不同的 镀膜时间,得到不同厚度的A1膜层,该成中间层的 作用之一是提高样品表面的导电性,从而能够顺利 进行下一步的电镀工艺。之后在 A1 膜层上采用电 镀(W-2325,辽宁锦州工业涂层设备厂,中国)制备 不同厚度的Pt层。在制备铂金属层时,控制电流密 度为 $1 \text{ A} \cdot \text{dm}^{-2}$,电镀液中铂离子含量为 $0.1 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$, 通过调控电镀时间,来调控电镀Pt层的厚度。制造 的不同膜层相关厚度参数及工艺见表2。不同喷涂 工艺的样品分别命名为S1、S2、S3、S4及S5。之后 对相应样品采用真空热处理炉进行980℃,10h的 真空热处理。

廿	关口 古法	喷涂距离/	古玄/l-W	涂层厚度/	送粉率/(g•	$Ar/(L \bullet$	$H_2/(L \bullet$	$N_2/(L \cdot$	
11十 日日	刀伝	mm	切平/К₩	μm	\min^{-1})	\min^{-1})	\min^{-1})	\min^{-1})	
S1	APS	110	80	150	45	50	8	0	
S2	APS	110	80	150	45	50	8	0	
S3	APS	110	80	150	45	50	8	0	
S4	APS	110	80	300	45	50	8	0	
S 5	PS-PVD	1000	132	150	20	35	0	60	

表 1 7YSZ 涂层的 APS 和 PS-PVD 的喷涂参数 Table 1 Spraving parameters of APS and PS-PVD for 7YSZ coatings

衣として広告に行き知								
Table 2 Parameters of each layer of composite coating								
样品	YSZ层喷涂方式	YSZ涂层厚度/ μm	镀Al时间/min	Al膜厚度/µm	电镀 Pt 时间/s	Pt膜厚度/µm		
S1	APS	150	40	0.8	1200 s	1-2		
S2	APS	150	80	2.0	1200 s	1-2		
S3	APS	150	180	5.0	1200 s	1-2		
S4	APS	300	50	2.0	1200 s	1-2		
S 5	PS-PVD	150	50	2.0	3600 s	1-2		

1.2 表面处理

样品在7YSZ涂层制备之后,采用大气等离子 喷涂设备的等离子喷枪火焰对其表面进行了灼烧处 理,其目的是利用火焰产生的高温,能够使得涂层表 面熔化,从而在重新凝固之后变得更光滑,该步骤有 效降低其表面粗糙度。该步骤中,等离子喷枪技术 参数如表3所示,其具体操作参考了我们前期的 工作[14]。

表3 表面处理工艺参数 Table 3 Surface treatment process parameters

_	Tub	ic o oui		unioni pioc	coo paran	101013
	喷距/	灼烧时	功率/	Ar/	$N_2/$	$H_2/$
	mm	间/s	kW	$(L \cdot min^{-1})$	$(L{\boldsymbol{\bullet}}min^{-1})$	$(L \cdot min^{-1})$
	50	6	75	94	47	14

1.3 测试

采用X射线衍射(XRD, XRD-7000, Shimadzu, Japan)对7YSZ涂层的晶相进行了鉴定, 扫描角度范围为10°-90°,扫描速度为5(°)·min⁻¹。 通过 x 射线光电子能谱(XPS, NEXSA, Thermo

Fisher Scientific, USA)计算涂层中元素的状态。 采用表面粗糙度仪(JT,北京科学仪器,中国)测量 了不同阶段样品表面的表面粗糙度。此外,利用场 发射扫描电镜(FE-SEM, FEI, 荷兰) 对涂层的微观 结构进行了表征。之后,按照HB 5476,使用FM-1000粘结剂对于不同工艺所制的涂层进行了拉伸 试验,测量了涂层的拉伸结合强度。

对于红外隐身性能,不同样品均利用美国 Perkin Elmer 公司的 Frontier FT-IR 光谱仪对 2-14 μm 波段的定向半球反射光谱进行了测试,测量 角度范围为0°-45°,该测量结果测量不确定度U= 10%,包含或置信因子 k=2,置信水平 P~95%。每 个样品重复测量三次,得到平均反射率。根据材料 及涂层光谱发射率测量装置的特性,测量装置所使 用的标准参考体及影响辐射测量的诸多因素有:参 考黑体光谱发射率、低发射率朗伯体参考表面的光 谱发射率、控温精度、角度控制精度及光谱辐射计测 量带来的误差。这些是测量不确定度的主要来源。

其中,合成标准不确定度可用下式计算[21]:

$$u_{c}(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^{n} \left[\frac{\partial f}{\partial x_{i}}\right]^{2} u^{2}(x_{i}) + 2 \sum_{i=1}^{n-1} \sum_{j=i+1}^{n} \frac{\partial f}{\partial x_{i}} \frac{\partial f}{\partial x_{i}} r(x_{i}, x_{j}) u(x_{i}) u(x_{j})}$$

$$u_{\epsilon}^{2}(\epsilon_{\lambda}) = \left[\frac{\partial f}{\partial L_{\lambda}}u(L_{\lambda}) + \frac{\partial f}{\partial L_{r}}u(L_{r}) + \frac{\partial f}{\partial L_{b}}u(L_{b})\right]^{2} + \left[\frac{\partial f}{\partial \epsilon_{b}}u(\epsilon_{b})\right]^{2} + \left[\frac{\partial f}{\partial \epsilon_{r}}u(\epsilon_{r})\right]^{2} = \left[\frac{\partial f}{\partial L_{\lambda}}u(L_{\lambda})\right]^{2} + \left[\frac{\partial f}{\partial L_{\lambda}}u(L_{b})\right]^{2} + \left[\frac{\partial f}{\partial L_{b}}u(L_{b})\right]^{2} + \left[\frac{\partial f}{\partial L_{\lambda}}\frac{\partial f}{\partial L_{r}}r(L_{\lambda},L_{r})u(L_{\lambda})u(L_{r})\right]^{2} + \left[\frac{\partial f}{\partial \epsilon_{b}}u(\epsilon_{b})\right]^{2} + \left[\frac{\partial f}{\partial \epsilon_{b}}u(\epsilon_{b})\right]^{2}$$

该式中 $L_{\lambda}(T)$ 、 $L_{r}(T)$ 、 $L_{b}(T)$ 均由光谱辐射计对 处于同一温度环境中样品进行测量,如果测量装置 存在系统误差,则对三个量的影响是相同的。因此, $L_{i}(T), L_{r}(T), L_{h}(T)$ 三个量是正强相关,相关系数r $(L_{\lambda}, L_{r}), r(L_{\lambda}, L_{b}), r(L_{r}, L_{b})$ 均取十1。依照标准

GIB 5023.2-2003,在实验条件下 $u(\varepsilon_r)$ 和 $u(\varepsilon_b)$ 取 $1\%, u(L_{\lambda})$ 和 $u(L_{b})$ 取2%, 从而计算出合成标准不确定度 $u_{c}(\varepsilon_{r})=5\%$ 。其中也包含或置信因子k=2, 扩展不确定度 $U = ku_{\epsilon}(\epsilon_{r})$,即材料及涂层光谱发射 率扩展不确定度为10%。

2 结果与讨论

2.1 显微结构与成分

材料的微观结构对发射率有着至关重要的影响。因此,研究复合结构涂层的微观结构对红外发 射率的影响是十分必要的。

图1为不同工艺复合涂层的表面和截面形貌 图。从图1可见,样品S2与样品S4表面形貌均表现 出由熔融或半熔融凝固颗粒组成的波动堆垛结构, 这是由于APS制备YSZ涂层时颗粒是逐层堆垛的 结果,且样品S2与样品S4在准备时A1膜层厚度基 本相同。结合复合涂层的截面形貌可见,复合涂层 的A1层与Pt层在该制备工艺下结合最为紧密,其最 表面形貌基本显示为热喷涂时所形成的YSZ层逐 层堆垛的形貌。同时,经由真空热处理后,Al层与 YSZ中的氧元素结合形成α-Al₂O₃,产生这一产物的 结论已经由我们团队之前所做的工作多次 验证^[7,12,19]。

样品 S1 所采用的制备工艺制备的涂层表面呈现片层状结构,但展现出了较多斑驳的翘起。结合该工艺所制备样品的截面形貌,发现由于该工艺所制备的 A1 膜层较薄,导致真空热处理后形成的中间层过薄甚至趋近于消失,导致多层膜结构中,最上层的 Pt 与下层的热喷涂 YSZ 层无法无法紧密结合,进而导致表层 Pt 的红外隐身层发生翘起。



(a-e)-表面;(f-h)-截面。 (a-e)-surface;(f-h)-cross sections.

图 1 采用不同工艺制备的复合涂层的表面和截面 SEM 图像 Figure 1 Surface and cross sections SEM images of composite coatings prepared using different processes

而对于样品 S3 所采用的制备工艺所制备的涂 层表面呈现片多孔的姿态,这是由于该制备工艺中, A1层堆积的较厚,在进行真空热处理时 A1层熔化后 由于液体的表面张力而发生团聚,顶起了最外层的 电镀 Pt层,且过多的 A1使得该层膜结构无法完转化 为α-Al₂O₃成分,进而使得热处理后样品表面呈现片 多孔的姿态。

样品 S5所用工艺制备的复合涂层的表面形貌 表面形貌整体仍为 PS-PVD工艺制备的涂层所形成 的菜花状簇状结构,其截面形貌也为该工艺所制的 羽毛柱状结构。结果表明,电弧离子镀所制备的 Al 层经过真空热处理后基本附着于菜花头及羽柱状结 构上端表面,而电镀所形成的 Pt 会优先于羽柱缝隙 中沉积,先沉积的 Pt 导致该部位导电性能增强,进 而加速 Pt 在该部位继续沉积。最终导致羽柱缝隙 中沉积较多的 Pt 层。但随着电镀时间的延长,最终 样品表面仍能覆盖到一层基本完整的Pt膜。

图 2 为不同工艺制备复合涂层样品的 XRD 图 和孔隙率。从 XRD 测试曲线中可见, 通过不同的工 艺调控,涂层都基本能形成覆盖完整的 Pt 膜层, 只 是其表面形貌各有不同。且采用 APS 工艺所制备 的的 YSZ 层厚度不同, 对于其后 A1 膜与 Pt 膜的沉 积基本无影响。结合五种样品的孔隙率曲线发现, 如果样品的孔隙率较高, 形成相同厚度的电镀 Pt 层 所需的电镀时间会大大延长。与此同时, 复合涂层 表面的最终形貌基本取决于最底层热障层的形貌, 这表示相对 PS-PVD 工艺所形成的菜花头结构表面 形貌而言, APS 工艺的片层状结构会更有利于把控 样品表面的粗糙度, 这会更有利于复合涂层发挥出 优异的红外隐身性能。

为了进一步分析真空热处理后复合涂层内部的 各层之间元素分布及反映情况,针对样品S1进一步





进行了EDS元素分析。图3为样品S1的EDS图。 从图3可见,O元素在原本的A1层中大量出现,这符 合我们团队之前所做工作中得出的真空热处理会使 得A1与YSZ中的O发生结合产生的α-Al₂O₃的结 论;同时,可以看出A1与Pt层发生了一定程度的互 扩散,这个性质如果与Al易与YSZ中的O发生结合 的现象联系起来,会导致 Pt、Al₂O₃、热障层三层涂层 结合的更紧密。但在 Al较少的情况下,会发生中间 层完全扩散与转化的现象,反而导致其表面膜层出 现翘起现象,进而降低其不同层之间的结合强度,增 加复合涂层剥落的风险。



图 3 样品 S1 所采用的制备工艺所制备的涂层截面 EDS 图

Figure 3 EDS diagram of the cross-section of the coating prepared by the preparation process used for sample S1

图 4 为样品 S2 采用的制备工艺所制备的涂层 截面的 EDS 图。从图 4 可见,当合理调控 A1层与 Pt 层的成分比例时,中间的 A1层就会一边与 YSZ 中的 O发生结合产生 α-Al₂O₃,同时吸引一定量的 Pt 成分 向下发生扩小规模扩散。该种工艺完美的生成Pt、 α-Al₂O₃、YSZ 三层的复合结构,加强了复合涂层整 体整体的结合强度。



图4 样品S2所采用的制备工艺所制备的涂层截面EDS图

Figure 4 EDS view of the cross section of the coating prepared by the preparation process used for sample S2

2.2 粗糙度、红外发射率与结合强度

降低物体表面发射率是实现红外隐身的基本途 径之一,而决定多层膜结构能不能走向实际应用的 另一大障碍往往是结合强度较低,因此研究复合结 构涂层红外发射率与其结合强度性能是十分必 要的。

通常,表面粗糙度会极大的影响涂层的红外发 射率性能。基于此因素,对于相应涂层粗糙度情况 的测量是十分必要的,因此挑选了成膜情况较好的 样品 S2 与 S4,采用三维轮廓仪对其表面形貌情况 进行了扫描,同时扫描了样品 S5 的表面形貌情况作 为对比,其结果如图 5 所示。对于各样品的表面粗 糙度,测得平均数据如表 4 所示。

表4 不同样品表面平均粗糙度	£	
----------------	---	--

Table 4	Average	e surface	e roughn	ess of dif	ferent sa	Imples
样品编	号 5	S1	S2	S3	S4	S5
粗糙度/	um 2	. 43 1	. 65	3.56	1.83	9.25

从图 5 和表 4 中可见,采用 APS 工艺制备最底 层热障层的样品表面粗糙度大大低于 PS-PVD 样 品所制备的粗糙度,采用 APS 工艺制备最底层热障 层的样品粗糙度区别不大,但所制备出的样品 S2 与 S4 粗糙度相对更低,表明通过调控 A1 膜与 Pt 膜厚度,也可以在一定程度上降低真空热处理后样品表面的粗糙度。

图6为不同复合涂层的常温红外发射率和透过 率。从图6可见,不同涂层在3—14 µm 波段的透过 率均极小,因此可将其视为0。在常温情况下,样品 S2与S4有较低的红外发射率,在该波段低至约 0.21。对于样品S1而言,在3-5 µm 波段的红外发 射率较高,在该波段的平均红外发射率已经达到了 0.4, 而在 8-14 μm 波段有所下降。表明过薄的中 间A1层导致的Pt层斑驳与翘起的现象,还是对红外 发射率的升高有一定的影响。该种样品的微表面在 Pt层发生翘起的部位会微微暴漏出其下的Al₂O₃成 分,而该成分的红外发射率极高,导致样品整体的红 外发射率有所上升。而S3样品在3-5 µm 波段的 红外发射率并没有样品S1高,达到了0.35,但在 8-14 µm 波段的发射率却有所上升,是四种底层热 障层采用APS工艺制作的样品中平均红外发射率 最高的。这是由于其制备工艺导致该复合涂层中拥 有较多的Al元素,在进行真空热处理时,Al大量融 化,而Al液滴的表面张力较强,导致Al液滴团聚成 球状,最终导致该种工艺所制作的样品表面呈现出



(a)—S2;(b)—S4;(c)—S5_°

图 5 样品表面形貌三维轮廓图

Figure 5 Three-dimensional contours of the surface morphology of the samples



(a)—IR emissivity; (b)—transmittance.

图 6 不同复合涂层样品在 3—14 µm 波段的红外发射率与透过率

Figure 6 IR emissivity and transmittance of different composite coated samples

凹凸不平的形貌。这种现象虽然未能导致其截面所 测得的孔隙率有大幅度的提升,但其表面的凹凸不 平极大的增强了红外线在该种样品表面发生的漫反 射,凹坑之间的间隙增强了样品表面对于红外线的 吸收能力,导致该种工艺所制样品的红外发射率在 几乎全波段均有所升高。

而对于样品 S5,由于其底层热障层采用 PS-PVD制造,其独特的羽柱状结构之间存在大量间 隙,而表层的 A1层与 Pt层并不能完全覆盖这些间 隙,当红外光垂直进入 8YSZ涂层时,由于涂层之间 存在大量的间隙,红外光的吸收增加,因此 S5的发 射率最高,随着孔隙的存在,散射作用也随之产生。 红外光会产生强烈的后向散射,增加涂层的反射 率^[5],这也表明显微组织对于涂层发射率有着显著 的影响。

表5为不同工艺复合涂层的平均结合强度。 L1-L5各组样品所采用的制备工艺分别与样品 S1-S5相同。每种工艺均进行三次拉伸试验测试, 并取平均值。

表 5 不同样品拉伸试验结果 Table 5 Tensile test results of different samples

组别编号	L1	L2	L3	L4	L5
平均结合强度/MPa	17	41	53	37	68

可以看到,样品S1采用的制备工艺所制备的涂 层平均结合强度最低,这是因为过薄的中间A1层导 致最表面的Pt层斑驳与翘起,从而极大的影响了涂 层整体的结合强度。样品S2与S4采用的制备工艺 所制备的涂层平均结合强度相差不多,相对来讲样 品S4采用的制备工艺所制备的涂层平均结合强度 略低,表明较厚的底层热障层对于涂层的结合强度 性能不利。样品S3采用的制备工艺所制备的涂层 平均结合强度,是使用APS技术制备底层热障层的 复合涂层中最高的,这是由于该类制备工艺导致样 品表面呈现出凹凸不平的形貌,在进行拉伸实验时, 所采用的FM-1000粘结剂能够充分混入表面形貌 的凹坑之中,胶的粘连导致其在拉伸试验时测得的 结合强度偏大。而对于样品S5采用的制备工艺所 制备的涂层平均结合强度接近70 MPa,这个数值与 PS-PVD 技术喷涂的热障涂层的结合强度相差无 几,表明在该种工艺下,由于样品表面粗糙度较高, 凹凸不平的表面一方面更有利于拉伸时胶体的充分 结合,另一方面底层热障层由于使用PS-PVD工艺 进行喷涂,其本身的的结合强度就较高,进一步拉伸 了复合涂层整体的结合强度。

3 结论

分别采用 PS-PVD 法与 APS 法制备 YSZ 热障 涂层,并在其表面采用电弧离子镀技术涂覆不同厚 度 A1 膜层,之后使用电镀技术涂覆 1-2 μm 厚度 Pt 膜层,随后进行真空热处理。

(1)真空热处理使得Al易与YSZ中的O发生结合,Al层当Al层与Pt层厚度接近1:1时,Pt层倾向 于向Al层扩散,两种现象的叠加能够有效增强复合 涂层的结合强度。而当Al层的厚度较小时,热处理 会使得Pt、Al两层充分扩散融合,阻碍Al在真空热 处理时与底层的热障层反应,该现象会导致表面Pt 层发生翘起。当Al层的厚度过厚时,真空热处理会 导致Al在熔融过程中由于较强的表面张力而团聚 成球体,拱起最表面的Pt层,最终导致表面形貌凹 凸不平。而对于PS-PVD工艺所制的底层热障层, 在进行电镀时,Pt会倾向于在羽柱缝隙中堆积,导 致形成完整Pt膜所需的电镀时间极大加强。

(2)采用APS工艺制备最底层热障层的样品表 面粗糙度大大低于PS-PVD样品所制备的粗糙度, 该性质导致APS工艺更适用于红外隐身涂层的 制备。

(3)复合涂层样品的红外发射率与其表面形貌 及微观组织结构有着极大关联,采用合适工艺制备 复合涂层可以使得其红外发射率在 3—14 μm 波段 低至 0.21,且同时具有 41 MPa的结合强度。

参考文献:

- [1] ANDERSSON S K, STAAF Ö, OLSSON P O, et al. Infrared properties of β -sialon as a function of composition[J]. Optical Materials, 1998, 10(1): 85-93.
- [2] 张小锋,周克崧,刘敏,等.等离子喷涂-物理气相沉积 Si/莫来石/Yb₂SiO₅环境障涂层[J]. 无机材料学报, 2018,33(3):325-330.
- [3] ZUECO J, ALHAMA F. Inverse estimation of temperature dependent emissivity of solid metals [J]. Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer, 2006, 101(1): 73-86.
- [4] CHI W, SAMPATH S, WANG H, et al. Microstructure-thermal conductivity relationships for plasma-sprayed yttria-stabilized zirconia coatings [J], Journal of the American Ceramic Society, 2008, 91 (8): 2636-2645.
- [5] 刘佳育,罗纳,李俊辰,等.氢能航空发动机研究现状 及发展制约因素[J].材料研究与应用,2024,18(2): 299-308.
- [6] YIN J, WANG C, ZHENG H, et al. Power controlled microstructure and infrared properties of air plasma

spraying based on YSZ coatings [J]. Surface and Coatings Technology, 2021, 426: 127768.

- ZHANG X, ZHOU K, LIU M, et al. Mechanisms governing the thermal shock and tensile fracture of PS-PVD 7YSZ TBC[J]. Ceramics International, 2018, 44 (4): 3973-3980.
- [8] HUANG Z, ZHOU W, TANG X, et al. Hightemperature application of the low-emissivity Au/Ni films on alloys[J]. Applied Surface Science, 2010, 256 (22): 6893-6898.
- [9] GONZÁLEZ-FERNÁNDEZ L, DEL CAMPO L, PEREZ-SAEZ R B, et al. Normal spectral emittance of Inconel 718 aeronautical alloy coated with yttria stabilized zirconia films [J], Journal of Alloys and Compounds, 2012, 513: 101-106.
- [10] WU X, LIANG X, ZHANG X, et al. Structural evolution of plasma sprayed amorphous Li₄Ti₅O₁₂ electrode and ceramic/polymer composite electrolyte during electrochemical cycle of quasi-solid-state lithium battery [J]. Journal of Advanced Ceramics, 2021, 10 (2): 347-354.
- HU P, YANG F, SONG R, et al. Pt-plating effect on La-TZM alloy high temperature oxidation behavior[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2016. 686: 1037-1043.
- [12] ZHANG X, DENG Z, LI H, et al. Al₂O₃-modified PS-PVD 7YSZ thermal barrier coatings for advanced gas-turbine engines [J], NPJ Materials Degradation, 2020. 4: 31.
- [13] 刘晓娟,陈沙鸥,邵渭泉,等.Dy掺杂对α-Al₂O₃的烧
 结及热膨胀行为的影响[J].陶瓷学报,2011.7(2):
 27-34.
- $\left[\,14\,\right]$ YIN J , ZHANG L, MA W, et al. Research on

reducing infrared emissivity of 8YSZ coating by regulating microstructure [J]. Infrared Physics&-Technology, 2023, 130: 104587.

- [15] ZHANG X, ZHOU K, DENG C, et al. Gasdeposition mechanisms of 7YSZ coating based on plasma spray-physical vapor deposition [J], Journal of the European Ceramic Society, 2015, 36(3): 697-703.
- [16] DENG W, AN Y, HOU G, et al. Effect of substrate preheating treatment on the microstructure and ultrasonic cavitation erosion behavior of plasmasprayed YSZ coatings[J], Ultrasonics Sonochemistry. 2018, 46: 1-9.
- [17] KHAN M, ZENG Y, LAN Z, et al. Reduced thermal conductivity of solid solution of 20% CeO₂ + ZrO₂ and 8% Y₂O₃ + ZrO₂ prepared by atmospheric plasma spray technique[J], Ceramics International. 2019, 45 (1): 839-842.
- [18] LIU S, LI C, ZHANG H, et al. A novel structure of YSZ coatings by atmospheric laminar plasma spraying technology[J], Scripta Materialia. 2018, 153: 73-76.
- [19] ZHANG X, NIU S, DENG Z, et al. Preparation of Al₂O₃ nanowires on 7YSZ thermal barrier coatings against CMAS corrosion [J], Transactions of Nonferrous Metals Society of China. 2019, 29 (11): 2362-2370.
- [20] ZHANG W, WEI Z, ZHANG L, et al. Low-thermalconductivity thermal barrier coatings with a multi-scale pore design and sintering resistance following thermal exposure[J], Rare Metals. 2020, 39(4): 352-367.
- [21] MINKINA W, DUDZIK S. Simulation analysis of uncertainty of infrared camera measurement and processing path [J]. Measurement, 2006, 39 (8) : 758-763.

Exploration of Infrared Emissivity of Electroplated Pt Composite Coating Based on YSZ

ZHANG Jingqin^{1,2}, YANG Wenchao¹, ZHAN Yongzhong^{1*}, HOU Zhenning^{1,2}, ZHANG Xiaofeng^{2*} (1. School of Resources, Environment and Materials, Guangxi University/State Key Laboratory of Whole-Life Safety of Specialized Metallic Materials and Combined Structures, Jointly constructed by the Ministry of Provinces and the State, key Laboratory of New Technology of Nonferrous Metals and Materials Processing, Ministry of Education, Nanning, Guangxi 530004, China; 2. Institute of New Materials, Guangdong Academy of Sciences/National Engineering Laboratory for Modern Materials Surface Engineering Technology/ Guangdong Modern Surface Engineering Technology Key Laboratory, Guangzhou 510651, China)

Abstract: Infrared stealth has become a critical consideration for new generation of fighter aircraft. To address the demands of high-temperature operating environments, thermal barrier coatings (TBCs) are typically employed as surface layers for high-temperature components. Infrared stealth is often achieved through the application of infrared low-emissivity coatings. In this study, composite coatings were prepared using plasma spraying-physical vapor deposition (PS-PVD) and atmospheric plasma

spraying (APS) techniques. 7YSZ ceramic layers of varying thickness were deposited on DZ40M high-temperature alloy substrate. Subsequently, Al layers of different thicknesses were applied using arc ion plating technology to enhance the surface' s conductivity for subsequent plating and to improve the overall bonding strength of the coatings after vacuum heat treatment. Finally, a Pt metal layer was electroplated onto the surface to serve as the infrared low-emissivity layer. The results revealed that the bonding strength of the composite coatings was significantly enhanced by the incorporation of an Al interlayer, , which facilitated the connection between the plated Pt layer and the YSZ thermal barrier layer. When the thickness ratio of Al/Pt was approximately 1:1 and the YSZ layer was prepared via the APS process, the infrared emissivity of the composite coating reached as low as 0.21 after vacuum heat treatment. Under these conditions, the bonding strength achieved 41 MPa, which could be further increased to 53 MPa by optimizing the thickness ratio of the Al/Pt layers. However, an excessively thin Al layer led to warping of the Pt layer on the microscopic level, while an excessively thick Al layer resulted in undulations and voids within the Pt layer after heat treatment. Both conditions negatively impacted the infrared emissivity and bonding strength of the composite coatings. When the YSZ layer was prepared by the PS-PVD process, the infrared emissivity of the composite coatings could be as low as 0.27 and the bonding strength could be as high as 68 MPa after the vacuum heat treatment. These findings highlight the importance of controlling the thickness of the Al and Pt layers as well as the choice of the YSZ deposition method to optimize the infrared stealth performance and bonding strength of composite coatings for high-temperature applications.

Keywords: APS; PS-PVD; thermal barrier coating; YSZ; electroplating; infrared emissivity; microstructure; bond strength

(学术编辑:孙文)