

引用格式: 袁旭同, 郝亚鸣, 胡悦, 等. 氧化铝-碳化硅涂层喷涂工艺优化及抗热震性能分析[J]. 航空材料学报, 2025, 45(4): 45-55.

YUAN Xujiang, HAO Yaming, HU Yue, et al. Process parameter optimization and thermal shock resistance performance analysis of  $Al_2O_3$ -SiC coating[J]. Journal of Aeronautical Materials, 2025, 45(4): 45-55.

## 氧化铝-碳化硅涂层喷涂工艺优化及 抗热震性能分析

袁旭同, 郝亚鸣, 胡悦, 王智勇\*, 赫丽华, 王峰,  
李国鹏, 王一渤

(中国航发北京航空材料研究院 隐身材料重点实验室, 北京 100095)

**摘要:** 为深入研究喷涂工艺参数对  $Al_2O_3$ -SiC 涂层性能的影响, 采用正交实验优化喷涂工艺参数, 建立“喷涂工艺-组织结构-结合强度与抗热震性能”的关联性。结果表明: 喷涂功率、送粉率及喷涂距离对涂层物相组成无显著影响, 但对涂层质量与结合强度调控作用显著, 当喷涂功率为 47 kW、送粉率 30%、喷涂距离 110 mm 时, 涂层结合强度最高(10.51 MPa), 孔隙率最低(34.35%)。热震实验表明, 涂层在 900 °C 和 1000 °C 下循环 200 次后未发生脱落, 物相稳定; 但当温度升至 1100 °C 和 1200 °C 时, SiC 发生氧化分解, 涂层内新生成 Si、C、 $SiO_2$ 、 $Al_6Si_2O_{13}$  4 种物相, 导致涂层因热应力累积及热生长氧化物(thermally grown oxide, TGO)层增厚而失效。涂层失效机制主要源于陶瓷层与黏结层的热膨胀系数失配、TGO 层晶粒异常粗化及内部裂纹扩展。

**关键词:**  $Al_2O_3$ -SiC 涂层; 等离子喷涂; 结合强度; 正交实验; 抗热震性能; TGO 层

doi: 10.11868/j.issn.1005-5053.2025.000055

中图分类号: TB34; V259

文献标识码: A

文章编号: 1005-5053(2025)04-0045-11

## Process parameter optimization and thermal shock resistance performance analysis of $Al_2O_3$ -SiC coating

YUAN Xujiang, HAO Yaming, HU Yue, WANG Zhiyong\*, HE Lihua,  
WANG Feng, LI Guopeng, WANG Yibo

(Key Laboratory of Stealth Material, AECC Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China)

**Abstract:** To study the effect of spraying process parameters on the performance of  $Al_2O_3$ -SiC coatings, orthogonal tests are carried out to optimize the spraying process parameters, and the relationship between “spraying process- structure- bonding strength and thermal shock resistance” is established. The results show that the spraying power, powder feeding rate and spraying distance have no effect on the type of phases within the coating but significantly impact the coating quality and bonding strength. When the spraying power is 47 kW, the powder feeding rate is 30%, and the spraying distance is 110 mm, the coating bonding strength is the highest (10.51 MPa) and the porosity is the lowest(34.35%). Thermal shock tests show that the coating does not fall off after 200 cycles at 900 °C and 1000 °C, and the phases do not change. However, as the temperature is increased to 1100 °C and 1200 °C, partial oxidative decomposition of SiC within the coating occurs, generating Si, C,  $SiO_2$  and  $Al_6Si_2O_{13}$ , thus leading to coating peeling off due to the accumulation of thermal stress and the thickening of the thermally grown oxide (TGO) layer. The coating failure mechanism mainly originates from the thermal expansion coefficient mismatch between the ceramic layer and the bonding layer, the abnormal grain coarsening of the TGO layer, and the internal crack extension.

**Key words:**  $Al_2O_3$ -SiC coating; plasma spraying; bonding strength; orthogonal test; thermal shock resistance; TGO layer

SiC 具有耐高温、硬度高、抗氧化性好、介电性能优异等优势,是极具潜力的高温吸波材料。 $\text{Al}_2\text{O}_3$  熔点高,在高温下不易氧化分解,具有较高的热稳定性,介电常数低,可与不同的耐高温吸波材料搭配使用,是高温隐身涂层中常见的基体材料<sup>[1-3]</sup>。

目前制备耐高温隐身涂层的工艺为大气等离子喷涂,该工艺对零件形状的要求不高,不仅可以大面积喷涂,也可以对零部件的局部进行喷涂,喷涂效率高,工艺操作简便,在耐高温隐身涂层制备领域具有广泛的应用前景<sup>[4-6]</sup>。等离子喷涂过程中,喷涂工艺参数对涂层最终性能起到决定性的作用<sup>[7]</sup>,需要采用正交实验方法,研究喷涂工艺参数对涂层孔隙率、沉积效率、结合强度及抗热震性的影响规律。王东生等<sup>[8]</sup>、赵文浩等<sup>[9]</sup>和杨红亮等<sup>[10]</sup>采用正交实验优化的方法,针对等离子喷涂  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{TiO}_2$  陶瓷涂层过程中喷涂距离、喷涂电流、主气流量、辅气流量 4 个工艺参数进行了优化,主要研究了工艺参数对涂层结合强度的影响;程定春<sup>[11]</sup>研究了等离子喷涂工艺参数对钼涂层结合强度的影响;胡帅等<sup>[12]</sup>研究了等离子喷涂工艺参数对 C276-Ni60 涂层性能的影响。朱昱等<sup>[13]</sup>和闫祖鹏等<sup>[14]</sup>研究了电流、主气流量、送粉量等参数对  $\text{Al}_2\text{O}_3$  涂层组织和硬度的影响。孙绪民等<sup>[15]</sup>对羟基磷灰石涂层的工艺参数进行探索,发现喷涂电流为 700 A、辅气流量为 9 L/min、喷涂距离为 120 mm

时,涂层的粗糙度最低,硬度最高。路光明等<sup>[16]</sup>和于海原等<sup>[17]</sup>分别研究了喷涂工艺参数对  $\text{TiO}_2$  涂层及 8YSZ 热障涂层的组织和结合强度的影响。由于 SiC 在高温下极易分解,目前采用等离子喷涂制备  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC 涂层的相关研究仍较为有限<sup>[18]</sup>,且针对其抗热震性能的系统性研究鲜有报道。

因此,本工作采用大气等离子喷涂工艺制备  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC 涂层,利用正交工艺实验研究喷涂工艺参数对涂层组织、结合强度及抗热震性能的影响,以期建立“喷涂工艺-组织结构-结合强度和抗热震性能”之间的关系。

## 1 实验材料与方法

### 1.1 实验材料

本实验使用的底层材料为金属喷涂粉末 (NiCoCrAlY),纯度高于 99.96%;陶瓷层材料为自研的  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC 粉末,其中  $\text{Al}_2\text{O}_3$  和 SiC 质量比为 1:1,两种粉末物理性能如表 1 所示,微观形貌如图 1 所示。其中 NiCoCrAlY 粉末中大多数为不规则的球形粉末,粉末均为实心,松装密度较大,流动性较好; $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC 粉末是由喷雾造粒及烧结工艺制备而成,粉末球形度较好,粒径分布较为均匀,松装密度较低,流动性适中。两种粉末的各项性能均满足等离子喷涂工艺的要求。

表 1 粉末物理性能  
Table 1 Physical properties of powders

Powder	$D_{10}/\mu\text{m}$	$D_{50}/\mu\text{m}$	$D_{90}/\mu\text{m}$	Apparent density/( $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$ )	Fluidity/( $\text{s} \cdot 50 \text{g}^{-1}$ )
NiCoCrAlY	51.235	67.52	82.37	3.68	19.2
$\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC	30.27	41.20	56.45	0.88	61.5

### 1.2 实验方法

本工作采用的试样基材为 GH3128 高温合金,结合强度试样尺寸为 25.4 mm×3 mm,抗热震性试样尺寸为 40 mm×20 mm×3 mm。等离子喷涂设备为 MultiCoat 喷涂系统,喷枪型号为 F4。

首先对试样进行吹砂,选用白刚玉砂(粒度 40 目)、喷砂压力 0.40 MPa、喷砂距离 30 cm,获得均匀的粗化表面;之后进行黏结层制备,喷涂粉末采用 NiCoCrAlY 粉末,喷涂参数如表 2 所示,喷涂厚度为 0.15 mm;最后喷涂陶瓷层,喷涂粉末采用  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC 粉末,喷涂厚度为 0.25 mm。陶瓷层的喷涂参数按照正交工艺实验设计,选择了喷涂功率、送粉率、喷涂距离 3 个因素,制定的喷涂参数如

表 3 所示,为了避免喷涂过程中其他因素对涂层质量的影响,设置主气 45 L/min、辅气 15 L/min、载气 3 L/min、喷涂速度 600 mm/s,并保持不变。

### 1.3 涂层性能表征

依据 GB/T 8642《热喷涂抗拉结合强度的测定》,采用 CMT4304 型电子万能试验机对涂层结合强度进行测试;参照 Q/AVIC 06016.1《涂层热震试验方法》,使用 KRZ-05 型涂层抗热震试验机开展测试,测试条件为:高温保温 5 min 后空冷 5 min,定义为 1 次热震循环,根据耐高温隐身涂层的典型性能要求,设定总循环次数为 200 次。

采用激光粒度分析仪 (Mastersizer 2000) 测试喷涂粉末的粒度分布;采用粉体综合测试仪 (BT-

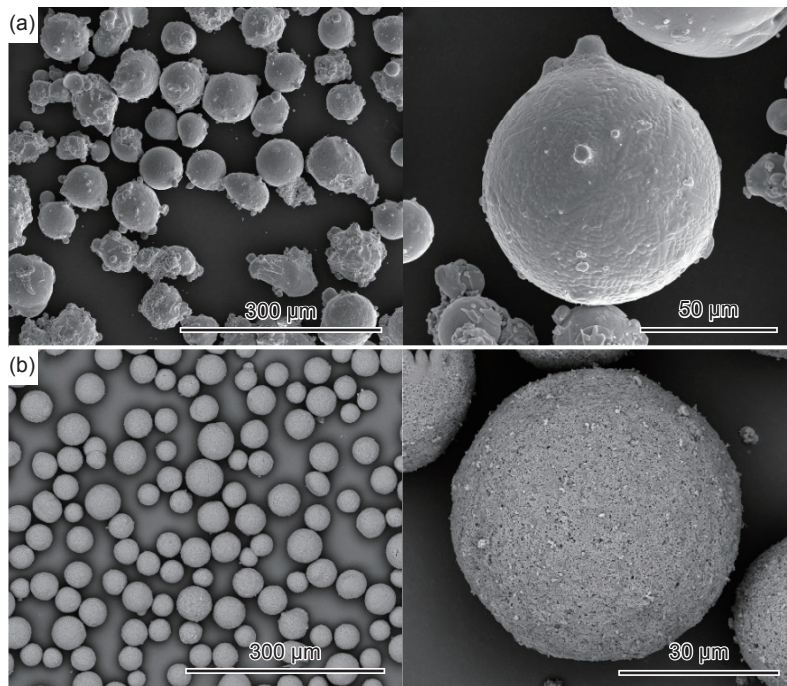


图 1 粉末微观形貌 (a)NiCoCrAlY 粉末; (b)Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiC 粉末

Fig. 1 Micro morphology of powders (a)NiCoCrAlY powders; (b)Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiC powders

表 2 黏结层喷涂参数

Table 2 Bond coat spraying parameters

Plasma spray power/kW	Primary gas flow/(L · min <sup>-1</sup> )	Secondary gas flow/(L · min <sup>-1</sup> )	Carrier gas flow/(L · min <sup>-1</sup> )	Powder feed rate/%	Spraying distance/mm
37	50	9	3	11	140

表 3 陶瓷层喷涂参数

Table 3 Ceramic coat spraying parameters

Parameter group	Plasma spray power/kW	Power feed rate/%	Spraying distance/mm
1	47	10	100
2	47	30	110
3	47	20	120
4	42	30	100
5	42	20	110
6	42	10	120
7	37	20	100
8	37	10	110
9	37	30	120

oxide, TGO) 区域进行表征; 采用 X 射线衍射仪 (D8-Advance) 对涂层物相结构进行表征; 采用 X 射线应力测定仪 (XL-640) 对涂层残余应力进行测试。

## 2 结果与分析

### 2.1 涂层正交实验和组织结构分析

正交实验过程中每组参数组合进行 3 次重复实验以降低随机误差, 涂层性能(结合强度、孔隙率)取 3 次实验的算术平均值作为最终结果。表 4 为不同喷涂工艺参数制备涂层的结合强度和孔隙率, 通过正交实验分析喷涂功率、送粉率及喷涂距离对涂层性能的影响规律。喷涂功率对结合强度及孔隙率的调控作用最为显著, 当喷涂功率从 37 kW 提升至 47 kW 时, 结合强度由 5.24 MPa 增至 10.51 MPa, 孔隙率由 45.54% 降至 34.35%; 送粉率的影响表现为协同效应: 在喷涂功率为 47 kW 条件下, 送粉率从 10% 增至 30%, 结合强度由 8.07 MPa 提升至 10.51 MPa, 孔隙率由 39.67% 降至 34.35%;

1000) 测试喷涂粉末的流动性及松装密度; 采用场发射扫描电镜 (Nova nanoSEM450) 观察喷涂粉末及涂层的微观形貌; 采用能谱 (X-Max50) 分析涂层中的元素分布; 采用场发射透射电镜 (Tecnai G2 F20) 对热震实验后涂层热生长氧化物 (thermally grown

喷涂距离的作用较弱,在 100~120 mm 范围内对性能影响较小。为量化喷涂功率、送粉率、喷涂距离对结合强度的贡献权重,采用方差分析对表 4 数据进行处理,如表 5 所示。结果显示,喷涂功率对结合强度的影响最为显著( $F=28.7, P=0.001$ ),贡献最大平方和为 58.32;送粉率次之( $F=6.1, P=0.023$ ),贡献最大平方和为 12.45,远低于喷涂功率;喷涂距离影响不显著( $P=0.372$ )。交互作用(喷涂功率 $\times$ 送粉率)的  $P$  值为 0.142,表明  $X_1$  与  $X_2$  需协同优化。为明确孔隙率( $x$ )与结合强度( $y$ )的定量关系,采用线性回归建模对数据进行分析,如图 2 所示。结果表明,两者呈显著负相关,拟合方程为  $y=-0.21x+17.32$  ( $R^2=0.89, P<0.001$ ),即孔隙率每降低 1%,结合强度平均提升 0.21 MPa,说明孔隙率的减少是提升结合强度的关键控制因素。

综合等离子喷涂工艺进行分析,当喷涂功率较低时,等离子焰流温度较低,粉末熔化不充分,粉末撞击至基体表面时变形较小,涂层中孔隙较多,涂层出现附着力差的现象;随着喷涂功率的增加,等

表 4 不同喷涂工艺参数制备涂层的结合强度和孔隙率  
Table 4 Bonding strength and porosity of coatings prepared with different thermal spray parameters

Thermal spray parameter	Bonding strength/MPa	Porosity/%
1	8.07	39.67
2	10.51	34.35
3	9.52	37.14
4	7.82	41.63
5	7.59	43.82
6	6.31	45.05
7	5.24	45.54
8	4.97	46.73
9	5.83	44.79

表 5 喷涂参数对结合强度的方差分析( $\alpha=0.05$ )  
Table 5 Analysis of variance (ANOVA) for spraying parameters on bonding strength( $\alpha=0.05$ )

Source	Sum of square	df	F-value	P-value
Plasma spray power	58.32	2	28.7	0.001
Power feed rate	12.45	2	6.1	0.023
Spraying distance	2.18	2	1.1	0.372
Plasma spray power $\times$ power feed rate	8.76	4	2.2	0.142
Error	10.21	8		

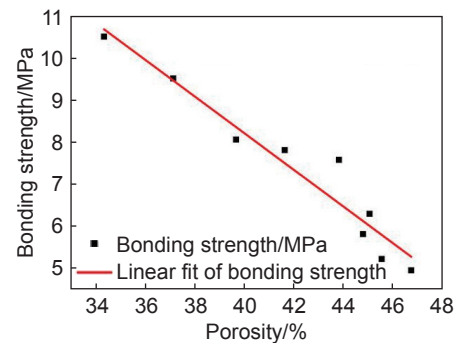


图 2 涂层孔隙率与结合强度的散点图

Fig. 2 Scatter plot of coating porosity versus bonding strength

离子焰流温度提高,粉末充分熔化,在与基体撞击时粉末变形量较大,形成了孔隙较少、致密度较高、结合强度较高的涂层<sup>[19]</sup>。送粉率对涂层的结合强度也存在一定的影响,随着送粉率提高,会有更多的粉末被加热至熔融或半熔融状态,粉末会以更高的速度撞击至基体或者已沉积涂层上,颗粒产生更大的塑性变形,颗粒间的相互融合更加充分,涂层内部气孔、裂纹等缺陷减少,获得致密度更好、结合强度较优的涂层。喷涂距离对涂层的结合强度影响较小。综合正交实验数据,参数 2(喷涂功率为 47 kW,送粉率为 30%,喷涂距离为 110 mm)展现出最优性能,其结合强度达 10.51 MPa,孔隙率低至 34.35%,进一步证实通过协同优化喷涂功率与送粉率,可有效降低涂层孔隙率并显著提高涂层结合强度。

图 3 为不同喷涂工艺参数制备的涂层经拉伸断裂后的断面形貌,由图 3 可知,涂层的断裂均为  $Al_2O_3-SiC$  层内聚断裂,说明陶瓷层内部的结合强度低于陶瓷层与黏结层之间的结合强度。这归因于在等离子喷涂过程中,  $Al_2O_3-SiC$  熔滴在试样表面沉积时会迅速冷却,由于冷却速度过快,熔滴在凝固过程中产生收缩,导致陶瓷层内部产生较高的内应力及较多的微裂纹,降低了陶瓷层的结合强度。

不同喷涂工艺参数制备涂层的截面形貌如图 4 所示。由图 4 可见,基体与黏结层界面结合连续完整,未观察到孔洞、裂纹等界面缺陷;进一步观察陶瓷层与黏结层界面区域,未检测到界面裂纹,表明层间结合质量良好。通过对比不同参数制备的陶瓷层微观结构发现,其孔隙率存在显著差异,图 4(e)~(i)显示陶瓷层内部存在明显的贯穿性裂纹,通过观察高倍下微观形貌发现,涂层内部存在大量未熔颗粒、孔洞及微裂纹,其孔隙率分布在 43.82%~46.73% 范围内。结合工艺参数分析可

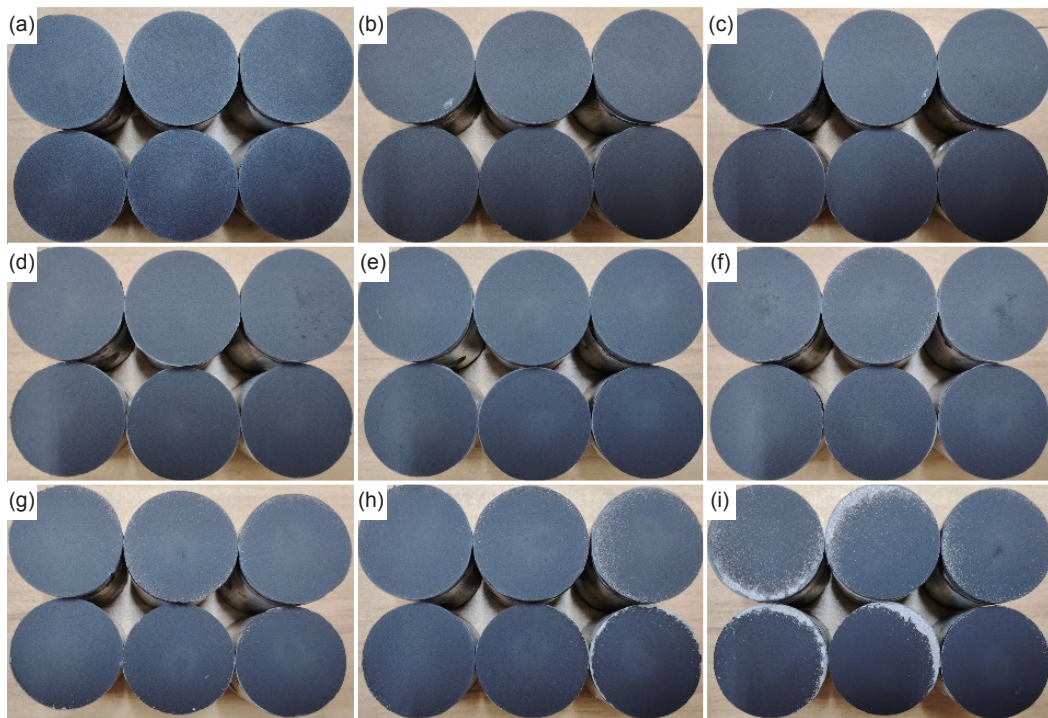


图 3 不同喷涂工艺参数制备的涂层结合强度测试后断面 (a)1; (b)2; (c)3; (d)4; (e)5; (f)6; (g)7; (h)8; (i)9  
Fig. 3 Fracture surfaces of coatings prepared with different spraying process parameters after bond strength testing (a)1; (b)2; (c)3; (d)4; (e)5; (f)6; (g)7; (h)8; (i)9

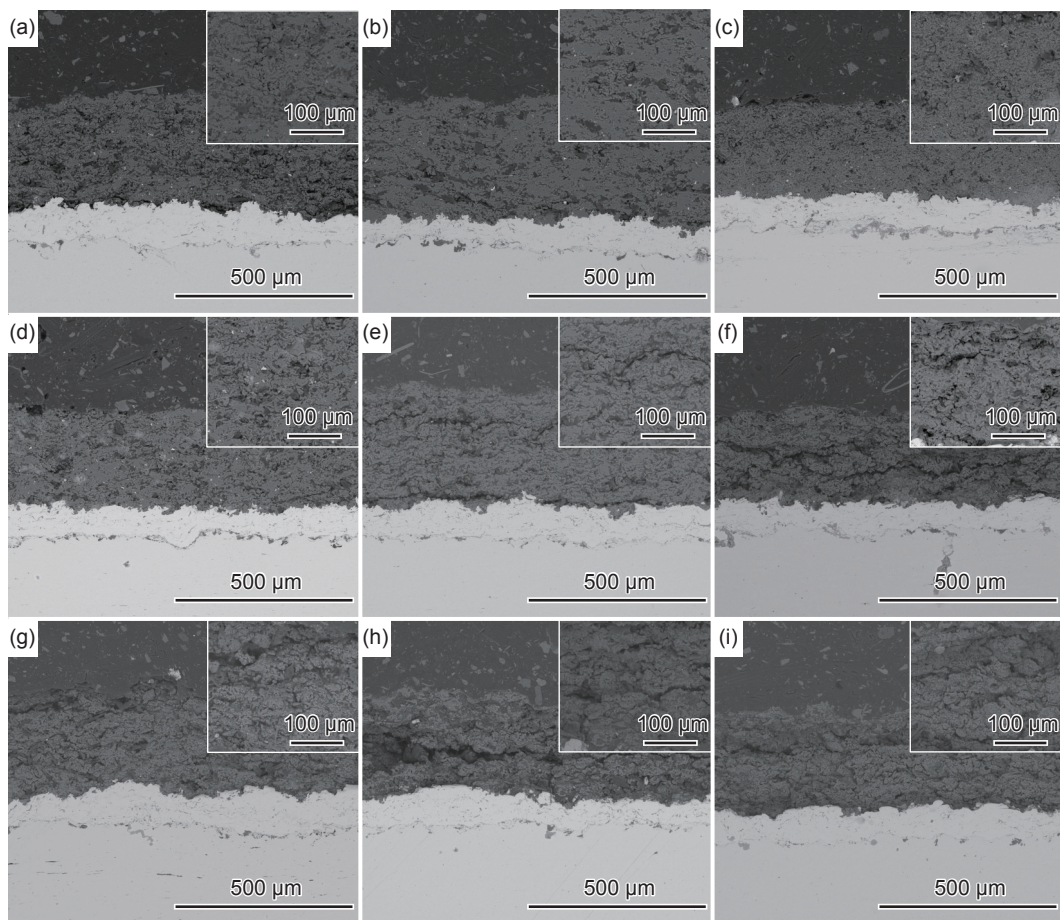


图 4 不同喷涂工艺参数制备涂层截面的微观形貌 (a)1; (b)2; (c)3; (d)4; (e)5; (f)6; (g)7; (h)8; (i)9  
Fig. 4 Microstructural cross-sectional morphologies of coatings prepared with different spraying process parameters (a)1; (b)2; (c)3; (d)4; (e)5; (f)6; (g)7; (h)8; (i)9

知,喷涂功率的降低导致焰流热焓值下降,致使粉末在飞行过程中未能充分熔化,这种不完全熔融状态不仅形成未熔颗粒,同时诱发孔隙与裂纹的生成,最终导致涂层结合强度降低,该结论与表4中对应参数组的结合强度和孔隙率测试数据相吻合。相比之下,图4(a)~(d)试样的陶瓷层未出现贯穿性横向裂纹,仅存在少量孔洞及微裂纹,孔隙率降低至34.35%~41.63%。分析表明,尽管喷涂功率(47 kW)显著提升了 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 粉末的熔化率,但由于SiC的熔点较高,等离子焰流的热焓仍不足以使其完全熔化,未熔的SiC颗粒在沉积过程中不规则分布导致局部孔隙率偏高。值得注意的是,参数4在较低功率条件下,通过提升送粉率改善了熔融颗粒的沉积动力学特性,增强了颗粒间冶金结合,有效抑制了贯穿性裂纹的形成,同时孔隙率较其他低功率参数组下降。通过系统对比各参数制备的涂层微观形貌发现,参数2(喷涂功率为47 kW,送粉率为30%,喷涂距离为110 mm)制备的陶瓷层展现出最优异的组织结构特征,具体表现为:显微组织致密性显著提升,孔隙率最低(34.35%),未熔颗粒最少且结合强度最高(10.51 MPa)。这一结果证实通过工艺参数优化可有效提升涂层质量和结合强度,其作用机制主要源于喷涂功率及送粉率的协同调控<sup>[20]</sup>。

$\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC粉末X射线衍射图谱如图5所示,主要由 $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、SiC两种物相组成。不同喷涂工艺参数制备涂层的X射线衍射图谱如图6所示,分析可知9种喷涂工艺参数制备的涂层表面物相一致,说明参数的变化并未突破材料的相变临界条件;但是与 $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC粉末相比,陶瓷层衍射峰中出现了少量的亚稳态 $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ 物相,这是由于 $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ 形核壁垒能量较低,在喷涂过程 $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC粉未经

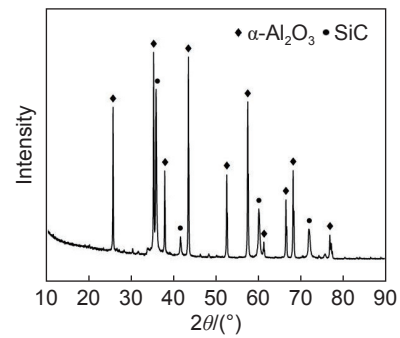


图5  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC粉末的X射线衍射图谱

Fig. 5 X-ray diffraction pattern of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC powders

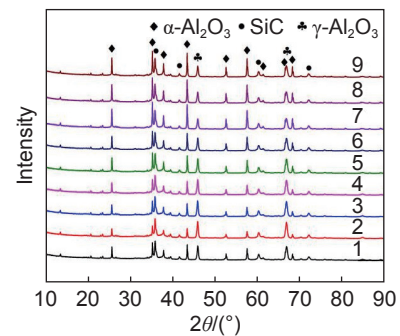


图6 不同喷涂工艺参数制备涂层的X射线衍射图谱

Fig. 6 X-ray diffraction patterns of coatings prepared by different spraying parameters

历了快速加热、快速冷却的过程,虽然大多数氧化铝以稳态的 $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ 存在于涂层中,但仍有少量氧化铝会以 $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ 的结构凝固形核,所以形成了少量的亚稳态 $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ 物相<sup>[21-23]</sup>。

## 2.2 涂层抗热震性能分析

通过喷涂参数的正交工艺实验可知,喷涂参数2制备的涂层各项性能最优。故该部分利用最优的喷涂工艺参数,在抗热震性能试样的表面制备涂层,分别进行900、1000、1100、1200℃抗热震性能测试。热震实验前后涂层的表面形貌如图7所示,

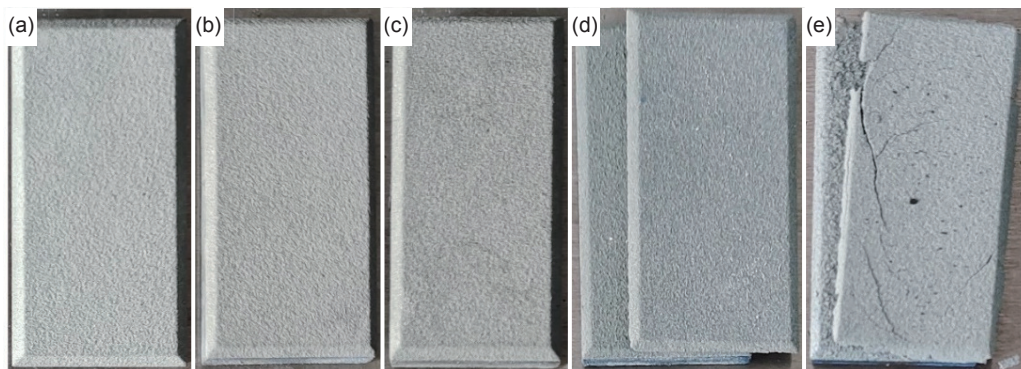


图7 热震实验前后涂层的表面形貌 (a)热震实验前;(b)900℃;(c)1000℃;(d)1100℃;(e)1200℃

Fig. 7 Surface morphology of coatings before and after thermal shock testing  
(a)before thermal shock;(b)900℃;(c)1000℃;(d)1100℃;(e)1200℃

与原始涂层进行对比, 900 ℃ 和 1000 ℃ 热震实验后, 涂层表面并没有发生变化; 随着热震实验温度升高至 1100 ℃ 时, 涂层整体脱落; 当热震实验温度升高至 1200 ℃ 时, 涂层内部出现粉化现象, 且涂层表面产生了大量贯穿性裂纹, 涂层脱落。不同热震温度下涂层的残余应力如表 6 所示, 分析可知, 热震前涂层表面残余应力为压应力, 达  $(-353 \pm 28)$  MPa; 随着热震温度升高至 900 ℃ 和 1000 ℃, 残余压应力分别减至  $(-157 \pm 18)$  MPa 和  $(-38 \pm 10)$  MPa; 当温度达到 1100 ℃ 和 1200 ℃ 时, 残余应力转为拉应力, 分别为  $(+121 \pm 16)$  MPa 和  $(+231 \pm 20)$  MPa。这归因于热震性能测试是冷热交替的过程, 由于涂层材料和基体材料的热膨胀系数差距较大, 温度发生变化时基体和涂层的变形量不一致, 导致涂层内应力状态由压应力向拉应力转变, 拉应力的积累加速了涂层裂纹的萌生与扩展, 当拉应力高于涂层本身的结合强度时, 涂层会产生脱落现象<sup>[24-26]</sup>;  $\text{Al}_2\text{O}_3$  和  $\text{SiC}$  之间的热膨胀系数也存在差异, 当热震温度提高至 1200 ℃ 时, 涂层内部  $\text{Al}_2\text{O}_3$  和  $\text{SiC}$  的变形量不一致, 导致涂层内部产生裂纹, 涂层中的孔洞、缺陷及未熔颗粒加速了裂纹的扩展, 涂层内部出现粉化现象, 且涂层表面存在大量的贯穿性裂纹。

表 6 不同热震温度下涂层的残余应力

Table 6 Residual stress in the coating under different thermal shock temperatures

Temperature/℃	Residual stress/MPa
As-deposited	$-353 \pm 28$
900	$-157 \pm 18$
1000	$-38 \pm 10$
1100	$+121 \pm 16$
1200	$+231 \pm 20$

热震实验前后涂层的 X 射线衍射图谱如图 8 所示, 分析可知, 900、1000 ℃ 热震后涂层的物相未发生变化, 主要由  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{SiC}$ 、 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  3 种物相组成; 随着热震温度升高, 部分  $\text{SiC}$  的衍射峰减弱甚至消失, 当热震温度为 1100 ℃ 时, 涂层中的物相发生了明显的变化, 新生成了  $\text{Si}$ 、 $\text{C}$ 、 $\text{SiO}_2$  3 种物相, 当热震温度提高至 1200 ℃ 时, 涂层中新生成了  $\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$  物相。分析原因为, 随着热震温度的提高, 涂层表面的  $\text{SiC}$  与氧气发生氧化反应(式(1)), 生成  $\text{SiO}_2$  并伴随体积膨胀, 导致涂层内部应力集中, 同时反应副产物  $\text{CO}$  气体的逸出会在涂层

中形成孔隙或微裂纹; 生成的  $\text{SiO}_2$  以玻璃相形式覆盖在涂层表面, 阻碍氧气进一步向涂层内部扩散, 导致涂层内部氧分压降低, 在此缺氧环境下,  $\text{SiC}$  发生热分解(式(2)), 生成的游离  $\text{Si}$  和  $\text{C}$ , 其中  $\text{C}$  以石墨或无定形碳的形式残留于涂层内部。当热震温度升至 1200 ℃ 时,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  与  $\text{SiO}_2$  通过晶界扩散或表面接触发生固相反应, 形成莫来石( $\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$ )(式(3)),  $\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$  的形成伴随体积收缩, 与膨胀区的体积变化存在差异, 在涂层内部形成拉应力梯度, 促进微裂纹的形核与扩展。上述新相的生成引起多重体积效应(膨胀与收缩)和应力积累, 最终导致涂层的裂纹萌生与剥落<sup>[27]</sup>。

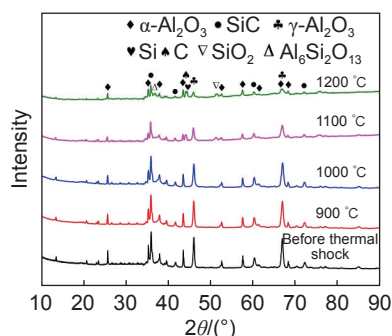
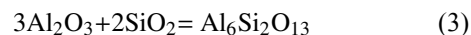
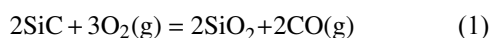


图 8 热震实验前后涂层的 X 射线衍射图谱

Fig. 8 X-ray diffraction patterns of the coatings before and after thermal shock testing

同时, 对 900、1000、1100、1200 ℃ 热震实验后涂层截面的微观形貌进行观察, 如图 9 所示, 发现 900 ℃ 热震实验后的涂层与热震前状态一致, 涂层内部未发现裂纹及涂层脱落等现象; 随着热震实验温度提高至 1000 ℃, 黏结层与陶瓷层界面处出现明显的横向裂纹, 但未贯穿至整个涂层, 故未出现涂层脱落的现象; 热震温度升高至 1100、1200 ℃ 时, 横向裂纹贯穿至整个涂层导致涂层脱落。为了研究热震实验后涂层脱落的根本原因, 对陶瓷层与黏结层界面区域进行微区成分分析, 如图 10 所示, 可以看出涂层中主要由深色组织、灰白色组织及深灰色的长条带组织构成, 其中深色组织为陶瓷层, 灰白色组织为黏结层, 两层界面处深灰色的长条带组织为 TGO 层。通过对比涂层 900、1000、1100、1200 ℃ 热震实验后的元素面分布图发现, 随着热震温度提高, 进入陶瓷层与黏结层界面处的氧气增多, 导致黏结层氧化严重, 氧元素含量增加; TGO

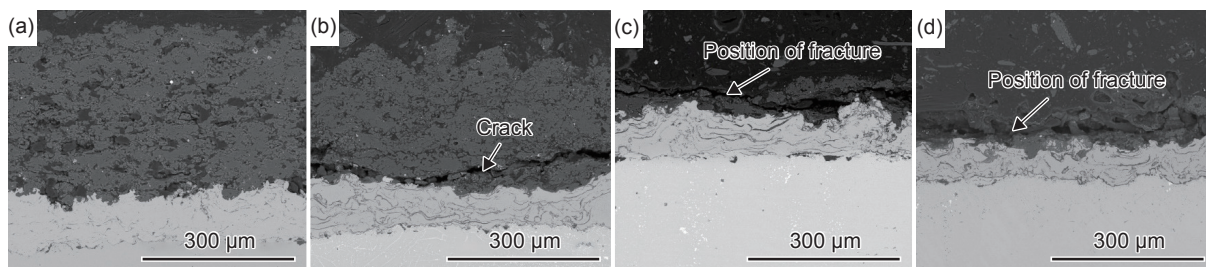


图9 热震实验后涂层的截面形貌 (a)900 °C; (b)1000 °C; (c)1100 °C; (d)1200 °C

Fig. 9 Microstructural cross-sectional morphologies of coatings after thermal shock testing  
(a)900 °C; (b)1000 °C; (c)1100 °C; (d)1200 °C

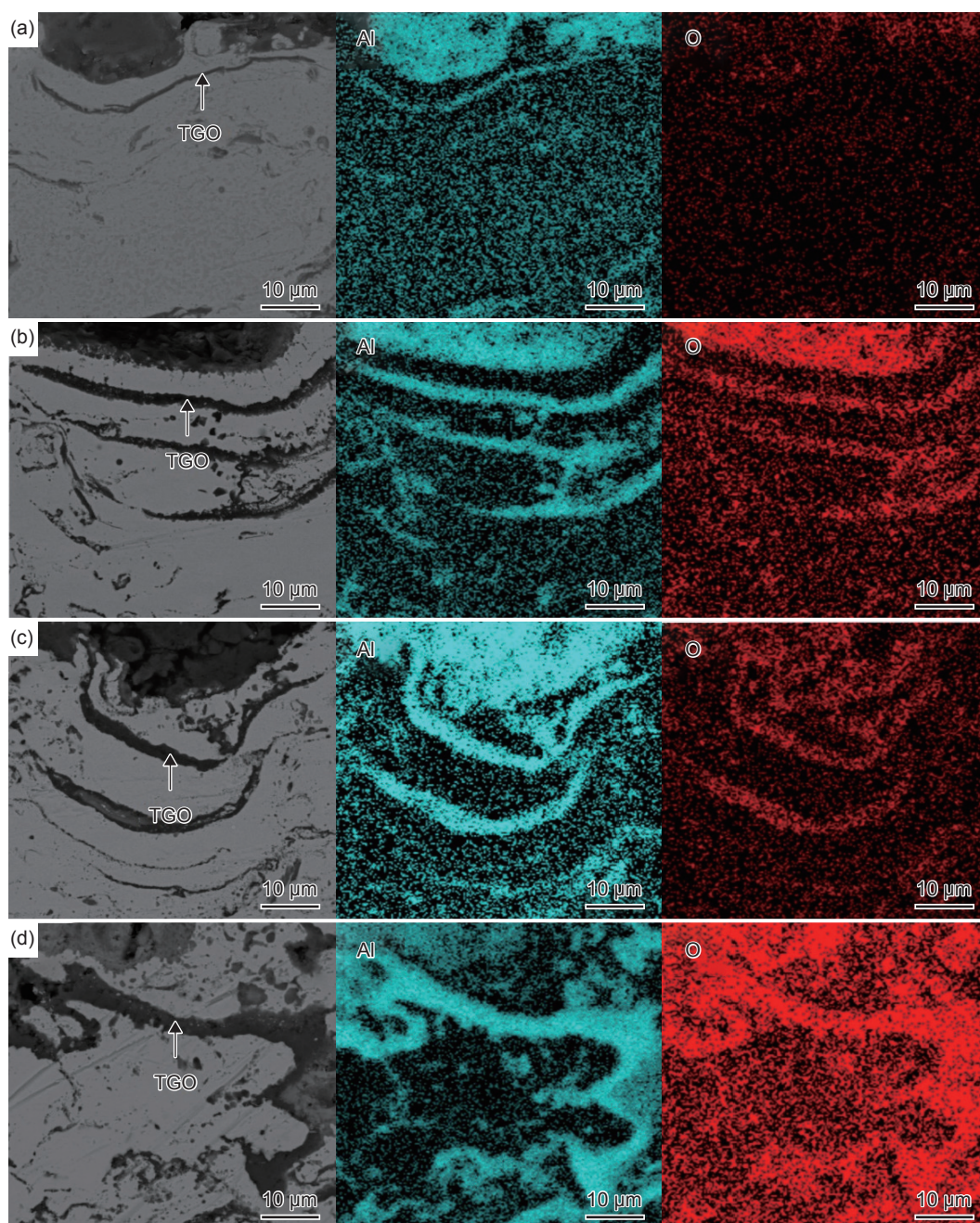


图10 热震实验后涂层截面形貌及不同元素的面分布 (a)900 °C; (b)1000 °C; (c)1100 °C; (d)1200 °C

Fig. 10 Cross-sectional morphologies and elemental mapping of coatings after thermal shock testing  
(a)900 °C; (b)1000 °C; (c)1100 °C; (d)1200 °C

层内部 Al 元素和 O 元素含量增多, TGO 层厚度增加, 这是因为温度提高会加速黏结层内部铝元素向界面处扩散, 更多的铝元素和氧气会反应形成更厚的 TGO 层<sup>[28]</sup>。

为阐明热震条件下 TGO 层的失效机理, 采用透射电子显微镜(TEM)对热震实验后涂层 TGO 区域进行表征, 如图 11 所示, 热震实验后 TGO 层厚度如表 7 所示。当热震温度为 900 °C 时, TGO 层厚度为(0.76±0.02) μm, 呈现连续致密结构, 晶粒尺寸较小且晶界清晰; 升温至 1000 °C 后, TGO 层厚度增至(0.90±0.05) μm, 尽管界面区域仍保持晶格共格关系且无明显孔洞或裂纹, 但 TGO 层内出现微裂纹, 表明此时热应力已超过 TGO 的弹性极限; 当热震温度提升至 1100~1200 °C 时, 尽管 TGO/黏结层界面在高温下仍维持冶金结合, 仅存在少量的微裂纹和孔洞, 但 TGO 层内显著劣化, 1100 °C 实验后, TGO 厚度为(1.50±0.15) μm, 而 1200 °C 实验后 TGO 厚度激增至(4.35±0.53) μm, 晶粒异常粗

化, 由于高温蠕变和氧化引起层内高密度孔洞和网状裂纹的产生, 导致应力释放能力显著下降。与 8YSZ 涂层的 TGO 层生长相比, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiC 涂层的 TGO 层在 1200 °C 表现出异常增厚, 这主要归因于 SiC 氧化对界面的持续动态交互作用: SiO<sub>2</sub> 的生成引起体积膨胀, 诱发涂层内部应力集中; 氧化产生的 CO 气体逸出形成孔隙, 为 Al 元素扩散提供了快速扩散通道; 此外 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 与 SiO<sub>2</sub> 通过固相反应生成 Al<sub>6</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>13</sub>, 该反应伴随局部体积收缩, 其与周围 SiO<sub>2</sub> 膨胀区的体积变化差异形成拉应力梯度, 进而导致 TGO 层产生孔洞/裂纹等缺陷, 降低其断裂韧性。上述多机制耦合作用使得 TGO 层在高温下加速增厚, 当 TGO 层达到临界厚度时会发生失稳扩展, 最终形成贯穿性裂纹, 导致涂层剥落失效<sup>[29-30]</sup>。

### 3 结论

(1) 通过正交实验优化喷涂工艺参数, 确定喷

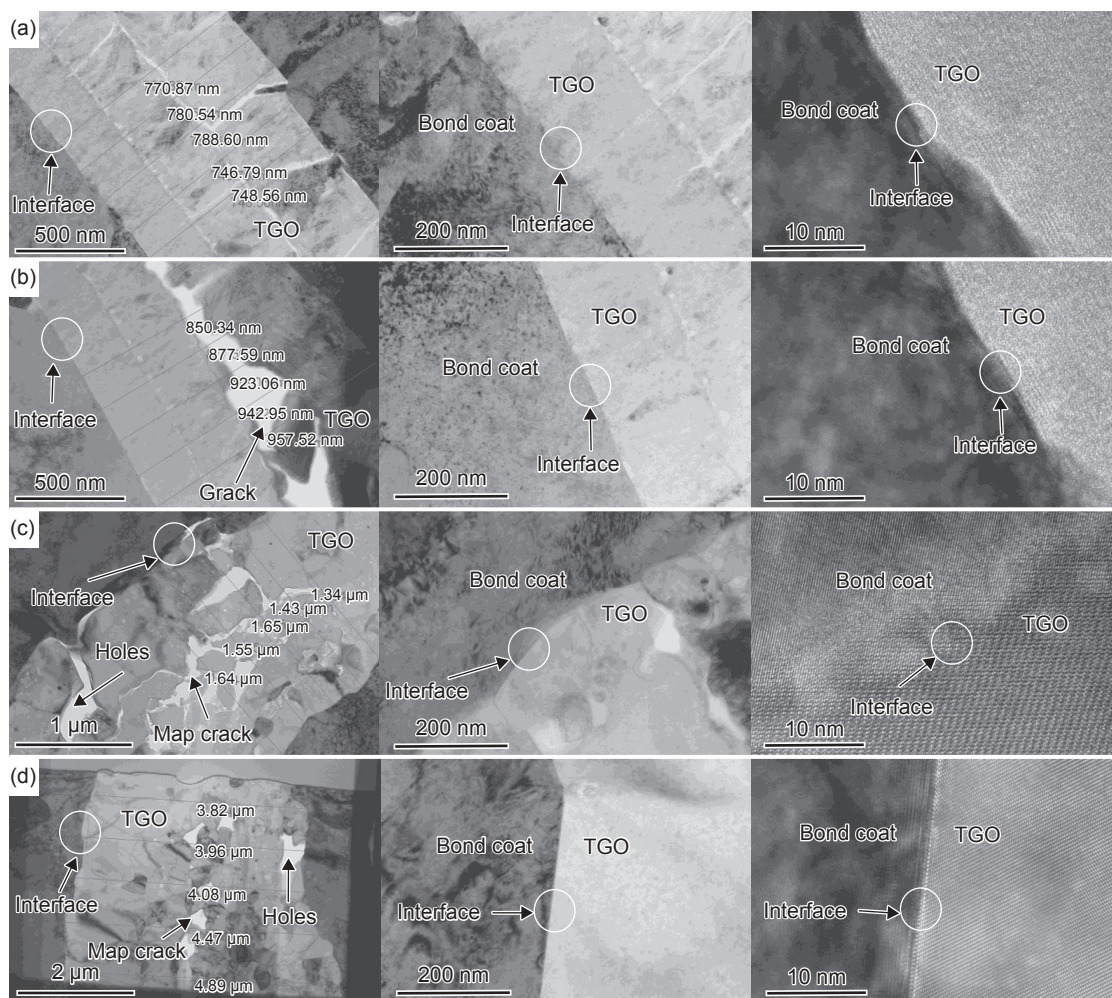


图 11 热震实验后涂层 TGO 区域的透射电子显微镜分析 (a)900 °C; (b)1000 °C; (c)1100 °C; (d)1200 °C

Fig. 11 TEM analysis of TGO region in the coating after thermal shock testing (a)900 °C; (b)1000 °C; (c)1100 °C; (d)1200 °C

表7 不同温度热震实验后 TGO 层厚度  
Table 7 TGO layer thickness after thermal shock testing at different temperatures

Temperature/°C	Layer thickness/ $\mu\text{m}$
900	0.76 $\pm$ 0.02
1000	0.90 $\pm$ 0.05
1100	1.50 $\pm$ 0.15
1200	4.35 $\pm$ 0.53

涂功率 47 kW、送粉率 30%、喷涂距离 110 mm 为最佳组合,此时  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiC}$  涂层致密性显著提高,孔隙率降至 34.35%,结合强度达 10.51 MPa。

(2)喷涂工艺参数变化不会影响涂层的物相,涂层始终由  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 、SiC 及少量亚稳态  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  构成。

(3)涂层在 900 °C 和 1000 °C 热震循环后未发生物相转变或脱落;但温度升高至 1100 °C 及以上时, SiC 的衍射峰减弱甚至消失,新生成了 Si、C、 $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$  4 种物相,新相的生成引起涂层内热应力累积,导致裂纹萌生与涂层脱落。

(4)涂层热震实验后的失效机制源于两方面:首先是陶瓷层与黏结层热膨胀系数差异导致界面热应力集中;其次是在高温热震条件下, TGO 层厚度随温度升高而增加,其内部晶粒异常粗化及孔洞/裂纹缺陷的产生导致 TGO 层断裂韧性降低。上述两因素协同作用引发涂层内部裂纹的萌生及扩展,最终导致涂层脱落失效。

#### 参考文献:

- [1] PAN H J, LUO F, JING L H, et al. Effects of ceramic matrix composition on microwave absorbing performance and mechanical properties in  $\text{SiC}_f/\text{mullite}$  composites[J]. *Journal of Materials Science*, 2024, 36(1): 11-23.
- [2] ZHANG Y Q, LI R, LUO W J, et al. High-efficiency electromagnetic absorption of  $\text{HfC-SiC}_f$  ceramics with a 3D reticular structure[J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 2024, 108(3): e20213.
- [3] ZHAO H Q, LIAO Q W, LI Y H, et al. Additive manufacturing of silicon carbide microwave-absorbing metamaterials[J]. *Additive Manufacturing Frontiers*, 2025, 4(1): 200186.
- [4] WANG Y, GUO Y G, ZHANG Q. Study on tribological properties and process optimization of  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-xTiO}_2$  composite coatings prepared by plasma spraying[J]. *Materials Today Communications*, 2025, 44: 112182.
- [5] TAHIR M, QASIM M, AHMED N, et al. Impact of atmospheric plasma spraying parameters on microstructure, mechanical properties and thermal cycling performance of YSZ coatings[J]. *Ceramics International*, 2024, 50(24): 53976-53986.
- [6] GAO Y X, YU Z L, GU H, et al. Cracking resistance and adhesion of  $\text{Al/Al}_2\text{O}_3$  thick lamellar structure coatings sprayed with plasma spraying[J]. *Applied Surface Science*, 2025, 682: 161701.
- [7] JIA Z J, WANG W R, QI W, et al. Effect of process parameters on yttria-stabilized zirconia particles in-flight behavior and melting state in atmospheric plasma spraying[J]. *Advanced Engineering Materials*, 2024, 26(21): 2400550.
- [8] 王东生, 田宗军, 王松林, 等. 正交试验设计优化等离子喷涂纳米  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-13%TiO}_2$  涂层工艺参数[J]. *材料导报*, 2012, 26(2): 80-82.  
WANG D S, TIAN Z J, WANG S L, et al. Process parameters optimization of plasma-sprayed nanostructured  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-13%TiO}_2$ [J]. *Materials Reports*, 2012, 26(2): 80-82.
- [9] 赵文浩, 韩书音, 王雷. 喷涂工艺参数对绝缘轴承涂层孔隙率和结合强度的影响[J]. *机车车辆工艺*, 2024, 60(4): 28-32.  
ZHAO W H, HAN S Y, WANG L. Influence of thermal spray parameters on porosity-adhesion properties in insulating bearing coatings[J]. *Locomotive & Rolling Stock Technology*, 2024, 60(4): 28-32.
- [10] 杨红亮, 李新梅, 李启东. 等离子喷涂参数对  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-13wt%TiO}_2$  涂层组织及硬度的影响[J]. *热加工工艺*, 2019, 48(2): 132-134.  
YANG H L, LI X M, LI Q D. Influence of plasma spraying parameters on microstructure and hardness of  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-13wt%TiO}_2$  coating[J]. *Hot Working Technology*, 2019, 48(2): 132-134.
- [11] 程定春. 等离子喷涂工艺参数对钨涂层结合强度的影响[J]. *材料保护*, 2016, 49(8): 35-37.  
CHENG D C. Effect of technical parameters of plasma spraying on coating bond strength[J]. *Materials Protection*, 2016, 49(8): 35-37.
- [12] 胡帅, 温永红, 吕喜鹏, 等. 工艺参数对大气等离子喷涂 C276-Ni60 涂层性能的影响[J]. *热喷涂技术*, 2021, 13(3): 72-79.  
HU S, WEN Y H, LV X P, et al. Effects of process parameters on properties of atmospheric plasma spraying C276-Ni60 coating[J]. *Thermal Spray Technology*, 2021, 13(3): 72-79.
- [13] 朱昱, 魏金栋, 周燕琴, 等. 等离子喷涂工艺参数对  $\text{Al}_2\text{O}_3$  涂层硬度的影响[J]. *中国陶瓷*, 2017, 53(6): 54-58.  
ZHU Y, WEI J D, ZHOU Y Q, et al. Effects of plasma spraying parameters on hardness properties of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  coatings[J]. *China Ceramics*, 2017, 53(6): 54-58.
- [14] 闫祖鹏, 张世宏, 温永红, 等. 基于正交实验设计方法的 APS 喷涂  $\text{Al}_2\text{O}_3$  涂层性能的研究[J]. *热喷涂技术*, 2019, 11(3): 44-50.  
YAN Z P, ZHANG S H, WEN Y H, et al. Study on prop-

- erties of APS sprayed  $\text{Al}_2\text{O}_3$  coatings based on orthogonal design method[J]. *Thermal Spray Technology*, 2019, 11(3): 44-50.
- [15] 孙绪民, 李丽, 刘宪福, 等. 大气等离子喷涂羟基磷灰石涂层的工艺参数优化[J]. *电镀与涂饰*, 2023, 42(2): 26-31. SUN X M, LI L, LIU X F, et al. Optimization of process parameters for preparation of hydroxyapatite coating by atmospheric plasma spraying[J]. *Electroplating & Finishing*, 2023, 42(2): 26-31.
- [16] 路广明, 乌日开西·艾依提. 等离子喷涂  $\text{TiO}_2$  基涂层工艺参数优化研究[J]. *表面技术*, 2018, 47(4): 73-80. LU G M, WURIKAIXI A. Process parameter optimization of plasma sprayed  $\text{TiO}_2$ -based coatings[J]. *Surface Technology*, 2018, 47(4): 73-80.
- [17] 于海原, 卞清, 薛召露. 基于正交试验设计的等离子喷涂 8YSZ 热障涂层的制备[J]. *粉末冶金工业*, 2023, 33(3): 44-52. YU H Y, BIAN Q, XUE Z L. Preparation of plasma-sprayed 8YSZ thermal barrier coatings under orthogonal test design[J]. *Powder Metallurgy Industry*, 2023, 33(3): 44-52.
- [18] JALAL Z, AL S K F, MAJDI H S. MWCNTs addition to  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC binary coating deposited by plasma thermal spray on low carbon steel substrate[C]// Institute of Physics Conference Series; Materials Science and Engineering. Baghdad: Institute of Physics Publishing Ltd., 2021, 1094(1): 012158.
- [19] YU R C, GAO P F, MIAO Y B, et al. Optimization of the process parameters of atmospheric plasma spraying cobalt ferrite coatings by orthogonal experimental design[J]. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2023, 33: 13374-13386.
- [20] 王瑞, 李嘉杞, 王海斗, 等. 不同工艺参数下超音速等离子喷涂层界面结合行为及其分形特性[J]. *中国表面工程*, 2023, 36(6): 117-125. WANG R, LI J Q, WANG H D, et al. Interface bonding behavior and fractal characteristics of supersonic plasma spraying coatings under different process parameters[J]. *China Surface Engineering*, 2023, 36(6): 117-125.
- [21] 王传奇, 吕环祥, 李双建, 等. 热喷涂氧化铝基复合陶瓷涂层的摩擦学与耐腐蚀性能研究[J]. *电镀与涂饰*, 2025, 44(2): 112-121. WANG C Q, LV H X, LI S J, et al. Study on tribological and anticorrosion properties of thermally sprayed alumina-based ceramic composite coating[J]. *Electroplating & Finishing*, 2025, 44(2): 112-121.
- [22] WEI Y Y, ZHU Z K, ZHANG J W, et al. Preparation and tribological properties study of a novel self-lubricating alumina-based composite coating[J]. *Tribology International*, 2025, 203: 110414.
- [23] MARCINAUSKAS L, RATAUTAITE K, KAVALI-AUSKAS Ž, et al. Influence of graphite and zirconia addition on the tribological properties of plasma-sprayed alumina coatings[J]. *Coatings*, 2024, 14(8): 978.
- [24] JONNALAGADDA K P, ERIKSSON R, YUAN K, et al. Study of damage evolution in high purity nano TBCs during thermal cycling: a fracture mechanics based modelling approach[J]. *Journal of the European Ceramic Society*, 2017, 37(8): 2889-2899.
- [25] KARABAŞ M, BAL E. Thermal shock behavior of lanthanum zirconate-based thermal barrier coatings[J]. *Surface Review and Letters*, 2024, 31(4): 2450027.
- [26] ZHAO K R, HUANG W Z, WANG Y Y, et al. Thermal shock failure analysis of  $\text{LaMgAl}_{11}\text{O}_{19}$  thick ceramic coatings plasma sprayed with different critical plasma spraying parameters[J]. *Journal of Thermal Spray Technology*, 2023, 32(8): 2620-2635.
- [27] LIU Y Z, WANG X, ZHEN Z, et al. Thermal shock behavior of EB-PVD thermal barrier coatings based on YSZ ceramic coat and (Ni, Pt) Al metallic bond coat[J]. *Open Ceramics*, 2023, 16: 100482.
- [28] LI T Y, WANG X, ZHEN Z, et al. Thermal shock behavior of novel  $(\text{Yb}_{0.1}\text{Gd}_{0.9})_2\text{Zr}_2\text{O}_7$  thermal barrier coatings with a Cr modified (Ni, Pt) Al bond coat[J]. *Ceramics International*, 2024, 50(19PB): 36935-36947.
- [29] LI G, WANG B, HUANG J Q, et al. Thermal shock behavior and oxidation resistance of novel SiC nanowires+Si/Yb<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>7</sub>-Si/Yb<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>7</sub> environmental barrier coatings[J]. *Journal of the European Ceramic Society*, 2024, 44(1): 435-447.
- [30] GAO W, LI P, JIN X C, et al. Thermal shock behaviors and failure mechanisms of EB-PVD thermal barrier coatings using radiant heating[J]. *Materials Today Communications*, 2023, 35: 106274.

收稿日期: 2025-04-10; 录用日期: 2025-06-10

基金项目: 第十届中国科协人才托举工程项目(YESS2024 1002AE); 太行国家实验室技术研发项目(THL-K-24-069); 中国航发科技创新平台项目(CXPT-2023-031); 中国航发航材院基金项目

通讯作者: 王智勇(1965—), 男, 博士, 研究员, 研究方向为特种功能材料, 联系地址: 北京市 81 信箱 9 分箱(100095), E-mail: zywang910@163.com

(本文责编: 高磊)