

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 200810103513.X

[51] Int. Cl.

C22C 21/00 (2006.01)

C22C 19/03 (2006.01)

C22C 30/00 (2006.01)

C22C 1/02 (2006.01)

C23C 14/30 (2006.01)

C23C 14/54 (2006.01)

[45] 授权公告日 2009 年 8 月 5 日

[11] 授权公告号 CN 100523241C

[22] 申请日 2008.4.8

[21] 申请号 200810103513.X

[73] 专利权人 北京航空航天大学

地址 100083 北京市海淀区学院路 37 号

[72] 发明人 郭洪波 王晓燕 宫声凯 王世兴

[56] 参考文献

CN1178204A 1998.4.8

US7150921B2 2006.12.19

CN1844445A 2006.10.11

CN1548578A 2004.11.24

审查员 王 娜

[74] 专利代理机构 北京永创新实专利事务所

代理人 周长琪

权利要求书 1 页 说明书 8 页 附图 2 页

[54] 发明名称

抗高温氧化的镍 - 铝 - 镧粘结层材料及其制
备

[57] 摘要

本发明公开了一种抗高温氧化的镍 - 铝 - 镧热
障涂层粘结层材料，该粘结层材料由纯度 99.99%
的原子百分比为 0.01 ~ 3 的镝 Dy、纯度 99.999%
的原子百分比为 40 ~ 50 铝 Al 和纯度 99.999% 的余量
的镍 Ni 组成。熔炼得到的粘结层材料中的 Dy 元素
主要沿 NiAl 晶界分布。制备有镍 - 铝 - 镧粘结层
材料的基体在 1200℃ 氧化 300 小时，氧化增重约为
0.5 ~ 1.5 mg/cm²，在基体表面形成的氧化膜几乎无
剥落。

- 1、一种抗高温氧化的镍—铝—镝粘结层材料，其特征在于：该粘结层材料由纯度 99.99% 的原子百分比为 0.01~3 的镝 Dy、纯度 99.999% 的原子百分比为 40~50 铝 Al 和纯度 99.999% 的余量的镍 Ni 组成。
- 2、根据权利要求 1 所述的镍—铝—镝粘结层材料，其特征在于：粘结层材料的具体成分有 $\text{Ni}_{49.9}\text{Al}_{50}\text{Dy}_{0.01}$ 、 $\text{Ni}_{50}\text{Al}_{49.95}\text{Dy}_{0.05}$ 、 $\text{Ni}_{50}\text{Al}_{49.9}\text{Dy}_{0.1}$ 、 $\text{Ni}_{55}\text{Al}_{44.5}\text{Dy}_{0.5}$ 、 $\text{Ni}_{55}\text{Al}_{44}\text{Dy}_1$ 、 $\text{Ni}_{50}\text{Al}_{48.5}\text{Dy}_{1.5}$ 或 $\text{Ni}_{57}\text{Al}_{40}\text{Dy}_3$ 。
- 3、一种制备如权利要求 1 所述的一种抗高温氧化的镍—铝—镝粘结层材料的方法，其特征在于：按成分配比称取纯度 99.999% 的镍 Ni、纯度 99.999% 的铝 Al 及纯度 99.99% 的镝 Dy，并将称取的镍、铝、镝放入真空电弧内，在真空中度 $1 \times 10^{-3} \sim 5 \times 10^{-5} \text{ Pa}$ ，熔炼温度 $2500^\circ\text{C} \sim 3000^\circ\text{C}$ 下，熔炼翻炼 3~6 次即熔炼制得镍—铝—镝铸锭。
- 4、根据权利要求 3 所述的一种制备抗高温氧化的镍—铝—镝粘结层材料的方法，其特征在于：制得的镍—铝—镝铸锭中的 Dy 主要沿 NiAl 晶界分布。
- 5、根据权利要求 3 所述的一种制备抗高温氧化的镍—铝—镝粘结层材料的方法，其特征在于：制得的镍—铝—镝铸锭在 1200°C 氧化 300 小时，氧化增重为 $0.5 \sim 1.5 \text{ mg/cm}^2$ 。

抗高温氧化的镍-铝-镝粘结层材料及其制备

技术领域

本发明涉及一种用作热障涂层中的粘结层材料，更特别地说，是指一种能够适用于 1200℃高温环境下的，利用稀土元素 Dy 改性 NiAl 的抗高温氧化粘结层材料。

背景技术

先进燃气涡轮发动机的发展对其叶片不断提出新的更高的要求。推重比 15 以上发动机的涡轮进口温度 (Turbine inlet temperature, 简称 TIT) 高达 2000℃以上，这就要求涡轮叶片和导向叶片在 1400℃以上温度下长期稳定工作。为了适应这种恶劣的工作环境，满足航空发动机的发展需要，除了发展高效冷却技术和高温合金材料技术，必须同时发展耐超高温、高隔热性能的热障涂层 (Thermal Barrier Coatings, 简称 TBCs) 技术。

热障涂层主要是利用陶瓷材料优越的耐高温、抗腐蚀和低热导率等性能，以涂层的方式将陶瓷与金属基体复合，提高发动机的工作温度和部件的抗腐蚀能力，并有效地延长热端部件的使用寿命。采用隔热层厚度为 150~300 μm 的热障涂层 (同时采用气膜冷却技术)，可以有效降低涡轮叶片表面的工作温度 150℃左右。实验结果表明，叶片表面温度每降低 15℃将使叶片的蠕变寿命延长大约一倍。

热障涂层的基本结构通常为双层结构，底层是金属粘结层，顶层为陶瓷隔热层。底层材料通常为 MCrAlY (M 为 Ni, Co 或者 Ni + Co)，其目的是缓解陶瓷涂层和高温合金基体的热膨胀系数不匹配，并提高基体的抗高温氧化能力。在高温氧化环境下，在 MCrAlY 层的表面将氧化形成一层致密的 Al_2O_3 保护膜，阻止粘结层的进一步氧化，进而达到保护基体的目的。研究表明， MCrAlY 系合金在低于 1150℃的环境中具有良好的抗高温氧化性能。然而当使用温度高于 1150℃时，涂层将发生加速氧化，并导致氧化膜剥落。因此， MCrAlY 不能作为 1150℃以上使用温度的高温防护涂层或热障涂层的金属粘结层。

NiAl 是一种长程有序的金属间化合物，由于金属键和共价键共存的特性，Ni₅₀Al₅₀ 的熔点 T_m 为 1638℃。研究表明 Ni₅₀Al₅₀ 的熔点 T_m 可达 1682℃，是一种可以在 1200℃长期使用的高温材料。NiAl 具有优良抗高温氧化性能，其抗高温氧化性能主要基于能够形成具有低生长速率的单一完整的 α - Al₂O₃ 氧化膜。NiAl 体系的热膨胀系数在整个温度范围内都低于 MCrAlY 体系，特别是经过反应活化元素改性的 NiAl 粘结层表面生成氧化物的结合力更是表现出其独特的优越性，在适当的基体材料上应用 NiAl 涂层可以在保持基体材料强度和韧性的同时提高抗高温氧化性。

然而，NiAl 存在一些缺点：在高温氧化时，由于氧化膜的形成，造成铝的消耗，从而诱发马氏体相变，导致氧化膜发生严重皱缩和剥落；另一方面，在金属/氧化膜界面容易形成大量空洞，影响氧化膜的粘结性，造成氧化膜脱落。基于以上原因，有必要对 NiAl 进行改性。

发 明 内 容

本发明的目的之一是提供一种抗高温氧化的镍—铝—镝粘结层材料，该粘结层材料由纯度 99.99% 的原子百分比为 0.01~3 的镝 Dy、纯度 99.999% 的原子百分比为 40~50 铝 Al 和纯度 99.999% 的余量的镍 Ni 组成。熔炼制得的粘结层材料中 Dy 主要沿 NiAl 晶界分布。将熔炼制得的镍—铝—镝粘结层材料在 1200℃氧化 300 小时，氧化增重约为 0.5~1.5mg/cm²。

本发明的另一目的是提出一种采用真空熔炼制备抗高温氧化的镍—铝—镝靶材，并用电子束物理气相沉积方法在基体上制备含有镍—铝—镝粘结层的热障涂层的方法。

本发明采用电子束物理气相沉积方法制备含有抗高温氧化镍—铝—镝粘结层的热障涂层的方法，包括有下列制备步骤：

(A) 将选取的粘结层料棒放入电子束物理气相沉积设备的 A 坩埚 (2) 内，并将镍基高温合金基体安装于基板 (5) 上；

(B) 抽真空室 (1) 的真空度至 $1 \times 10^{-2} \sim 5 \times 10^{-5} Pa$ ；

(C) 设定旋转基板架 (6) 的旋转速度 10~20 rpm；

采用电子束加热基板 (5) 至 600~900℃，电子束电压 17~19kV；

(D) 沉积粘结层：预蒸发粘结层材料料棒，并调节电子束流 1.2~2.0A，料棒上升速率 0.8~1.0mm/min，沉积速率 1.5~2.0 μm/min；拉开挡板（4），蒸发沉积粘结层开始，沉积完成后取出；放入真空热处理炉内进行真空热处理 2~6hrs，热处理温度 1000~1100℃；

(E) 沉积陶瓷层：将经 (D) 处理后的镍基高温合金基体安装于电子束物理气相沉积设备的基板（5）上，并调节旋转基板架（6）至装有陶瓷材料的 B 坩埚（3）上方，调节电子束流 1.4~1.8A，料棒上升速率 1.2~1.6mm/min，沉积速率 2.5~3.0 μm/min；拉开挡板（4），蒸发沉积陶瓷层开始，沉积完成后闭合挡板（4），沉积完成后取出，即制得含有镍—铝—镝粘结层的热障涂层材料。

本发明镍—铝—镝粘结层材料的优点在于：使用温度在 1150~1200℃。Dy 改性的 NiAl 由于氧化速率低，氧化膜粘附性好，不易剥落，可以用来作为抗超高温氧化热障涂层粘结层材料。Dy 改性的 NiAl 金属块体材料在 1200℃氧化 300 小时氧化增重为 0.5~1.5mg/cm²，氧化膜几乎无剥落，而未改性的 NiAl 氧化 50 小时后，氧化膜就大量剥落。与传统粘结层材料 MCrAlY 相比，MCrAlY 只能用在 1150℃以下，当温度超过 1150℃，氧化膜增厚很快，并且造成大量剥落。

附 图 说 明

图 1 是本发明制备得到的热障涂层材料的结构剖视图。

图 2 是电子束物理气相沉积设备示意图。

图 3 是块材 Ni₅₀Al_{49.5}Dy_{0.5} 的截面背散射图。

图 4 是块材 Ni₅₀Al_{49.9}Dy_{0.1} 氧化 305 小时后的截面形貌。

具 体 实 施 方 式

下面将结合附图和实施例对本发明做进一步的详细说明。

本发明是一种利用稀土元素 Dy 改性 NiAl 的抗高温氧化镍—铝—镝粘结层材料，是针对传统粘结层材料 MCrAlY 使用温度低，而 NiAl 氧化膜皱曲及氧化膜和金属间形成大量空洞造成氧化膜的大量脱落问题，在 NiAl 中加入微量反应活性元素 Dy，改善了氧化膜的粘附性，并且减慢了氧化速率。采用熔炼方法制得的本发明抗高温氧化镍—铝—镝铸锭中的 Dy 主要沿 NiAl 晶界分布。且在 1200℃氧化 300 小时，氧化增重约为 0.5~1.5 mg/cm²，显示出该粘结层材料在 1200℃时有优异的抗氧化性及剥落能力。

在本发明中，粘结层材料 11 制备在基体 13 与陶瓷层材料 12 之间（参见图 1 所示），粘结层和陶瓷层构成热障涂层。所述基体可以是镍基高温合金，如 K3，单晶 DD3、DD6，定向凝固合金 D125。所述陶瓷层材料可以是 YSZ 即氧化钇 Y_2O_3 稳定的氧化锆 ZrO_2 或者 $La_2Ce_2O_5$ 、 $LaTiAlO$ 、 $BaLaTiO$ 等。

本发明抗高温氧化的镍—铝—镝粘结层材料由纯度 99.99% 的原子百分比为 0.01~3 的镝 Dy、纯度 99.999% 的原子百分比为 40~50 铝 Al 和纯度 99.999% 的余量的镍 Ni 组成。在本发明中粘结层材料的具体成分有 $Ni_{49.9}Al_{50}Dy_{0.01}$ 、 $Ni_{50}Al_{49.95}Dy_{0.05}$ 、 $Ni_{50}Al_{49.9}Dy_{0.1}$ 、 $Ni_{55}Al_{44.5}Dy_{0.5}$ 、 $Ni_{55}Al_{44}Dy_1$ 、 $Ni_{50}Al_{48.5}Dy_{1.5}$ 、 $Ni_{57}Al_{40}Dy_3$ 。

制备本发明抗高温氧化镍—铝—镝粘结层材料的方法为：按成分配比称取纯度 99.999% 的镍 (Ni)、纯度 99.999% 的铝 (Al) 及纯度 99.99% 的镝 (Dy)，并将称取的镍—铝—镝放入真空电弧内，在真空度 $1 \times 10^{-3} \sim 5 \times 10^{-5} Pa$ ，熔炼温度 2500°C~3000°C，熔炼翻炼 3~6 次即熔炼制得镍—铝—镝铸锭。

电子束物理气相沉积设备简示图如图 2 所示，采用电子束物理气相沉积方法在基体上制热障涂层的工艺为：

(A) 将选取的粘结层料棒放入电子束物理气相沉积设备的 A 坩埚 2 内，并将镍基高温合金基体安装于基板 5 上；

(B) 抽真空室 1 的真空度至 $1 \times 10^{-2} \sim 5 \times 10^{-5} Pa$ ；

(C) 设定旋转基板架 6 的旋转速度 10~20 rpm；

采用电子束加热基板 5 至 600~900°C，电子束电压 17~19kV；

(D) 沉积粘结层：预蒸发粘结层材料料棒，并调节电子束流 1.2~2.0A，料棒上升速率 0.8~1.0mm/min，沉积速率 1.5~2.0 μm/min；拉开挡板 4，蒸发沉积粘结层开始，沉积完成后取出，放入真空热处理炉内进行真空热处理 2~6hrs，热处理温度 1000~1100°C；

(E) 沉积陶瓷层：将经 (D) 处理后的镍基高温合金基体安装于电子束物理气相沉积设备的基板 4 上，并调节旋转基板架 6 至装有陶瓷材料的 B 坩埚 3 上方，调节电子束流 1.4~1.8A，料棒上升速率 1.2~1.6mm/min，沉积速率 2.5~3.0 μm/min；拉开挡板 4，蒸发沉积陶瓷层开始，沉积完成后闭合挡板 4，沉积完成后取出，即制得含有镍—铝—镝粘结层的热障涂层。

对 Dy 改性 NiAl 材料进行性能测试：

Dy 在 NiAl 中的分布：将熔炼制得的 Dy 改性 NiAl 试样用砂纸打磨，抛光，然后在扫描电镜下观察发现 Dy 主要沿 NiAl 晶界分布。

抗氧化性能测试：将熔炼锭材试样用线切割方法切出 $10 \times 10 \times 3\text{mm}^3$ 的小片，用砂纸打磨光滑，然后分别用丙酮、酒精超声 15 分钟，再将样品烘干。将样品放入管式炉中，在 1200°C 进行氧化试验，称量不同氧化时间试样的重量，做氧化动力学曲线，增重仅 $0.5\sim 1.5\text{mg/cm}^2$ 。

截面氧化膜形貌观察：用扫描电镜观察 Dy 改性 NiAl 材料氧化后截面形貌，发现加入微量 Dy 后，与未改性的 NiAl 相比，氧化膜剥落很少，氧化膜平直，与基体间几乎无孔洞，粘结性很好，见图 3。

将本发明的热障涂层材料进行性能测试：

循环寿命测试：将本发明中制备的 Dy 改性 NiAl 与未改性的 NiAl 热障涂层材料进行循环氧化性能检测：将试样在 1200°C 空气中加热 50min，然后在强制吹冷 10min 至室温进行往复循环，采用自动高低温热循环设备进行测试，记录试样的重量变化和循环次数，结果显示循环氧化 10~20 小时后，未改性的 NiAl 热障涂层材料开始失效，而 Dy 改性 NiAl 热障涂层材料循环氧化 200~300 小时才开始失效。

实 施 例 1：制 $\text{Ni}_{50}\text{Al}_{49.95}\text{Dy}_{0.05}$

按照名义成分为 $\text{Ni}_{50}\text{Al}_{49.95}\text{Dy}_{0.05}$ 进行配料，其原材料镍和铝的纯度为 99.999%，镝纯度为 99.99%。

采用真空电弧熔炼 $\text{Ni}_{50}\text{Al}_{49.95}\text{Dy}_{0.05}$ 铸锭，真空度为 $5 \times 10^{-4}\text{Pa}$ ，熔炼温度 2500°C ，翻炼 4 次即可熔炼均匀。

用扫描电镜观察发现 Dy 主要沿 NiAl 晶界分布。

将试样用线切割方法切出 $10 \times 10 \times 3\text{mm}^3$ 的小片，用砂纸打磨光滑，然后分别用丙酮、酒精超声 15 分钟，再将样品烘干。在 1200°C 氧化 305 小时，氧化增重约为 0.5mg/cm^2 。

用扫描电镜观察氧化后表面及截面形貌，发现氧化膜剥落很少，氧化膜平直，粘附性很好。

(参见图 2 所示) 采用电子束物理气相沉积方法在基体上制热障涂层的工艺为：

(A) 将 $\text{Ni}_{50}\text{Al}_{49.95}\text{Dy}_{0.05}$ 铸锭切割成棒材，并将其放入电子束物理气相沉积设备的 A 坩埚 2 内，并将镍基高温合金基体安装于基板 5 上；

(B) 抽真空室 1 的真空度至 $5 \times 10^{-4} \text{ Pa}$ ；

(C) 设定旋转基板架 6 的旋转速度 10 rpm；

采用电子束加热基板 5 至 600°C，电子束电压 17kV；

(D) 沉积粘结层：预蒸发粘结层材料料棒，并调节电子束流 1.2A，料棒上升速率 0.8mm/min，沉积速率 1.5μm/min；拉开挡板 4，蒸发沉积粘结层开始，沉积完成后取出，放入真空热处理炉内进行真空热处理 2hrs，热处理温度 1000°C；

(E) 沉积陶瓷层：将经 (D) 处理后的镍基高温合金基体安装于电子束物理气相沉积设备的基板 5 上，并调节旋转基板架 6 至装有陶瓷材料（氧化钇 Y_2O_3 稳定的氧化锆 ZrO_2 ）的 B 坩埚 3 上方，调节电子束流 1.4A，料棒上升速率 1.2mm/min，沉积速率 2.5μm/min；拉开挡板 4，蒸发沉积陶瓷层开始，沉积完成后闭合挡板 4，沉积完成后取出，即含有 $\text{Ni}_{50}\text{Al}_{49.95}\text{Dy}_{0.05}$ 粘结层材料的热障涂层。

将上述制得有 $\text{Ni}_{50}\text{Al}_{49.95}\text{Dy}_{0.05}$ 粘结层材料的热障涂层进行氧化腐蚀测试，在 1200°C 空气中加热 50min，然后在强制吹冷 10min 至室温进行往复循环，采用自动高低温热循环设备进行测试，记录试样的重量变化和循环次数，Dy 改性 NiAl 热障涂层材料循环氧化 300 小时才开始失效。

采用与实施例 1 相同的制备方法分别对 $\text{Ni}_{49.9}\text{Al}_{50}\text{Dy}_{0.01}$ 、 $\text{Ni}_{55}\text{Al}_{44}\text{Dy}_1$ 、 $\text{Ni}_{50}\text{Al}_{48.5}\text{Dy}_{1.5}$ 、 $\text{Ni}_{57}\text{Al}_{40}\text{Dy}_3$ 的粘结层材料进行制备，熔炼获得的 $\text{Ni}_{49.9}\text{Al}_{50}\text{Dy}_{0.01}$ 、 $\text{Ni}_{55}\text{Al}_{44}\text{Dy}_1$ 、 $\text{Ni}_{50}\text{Al}_{48.5}\text{Dy}_{1.5}$ 、 $\text{Ni}_{57}\text{Al}_{40}\text{Dy}_3$ 铸锭材料中 Dy 主要沿 NiAl 晶界分布，且 $\text{Ni}_{49.9}\text{Al}_{50}\text{Dy}_{0.01}$ 、 $\text{Ni}_{55}\text{Al}_{44}\text{Dy}_1$ 、 $\text{Ni}_{50}\text{Al}_{48.5}\text{Dy}_{1.5}$ 、 $\text{Ni}_{57}\text{Al}_{40}\text{Dy}_3$ 铸锭在 1200°C 空气中氧化 305 小时，氧化增重约为 1.1 mg/cm^2 、 0.67 mg/cm^2 、 1.5 mg/cm^2 。

将含有 $\text{Ni}_{49.9}\text{Al}_{50}\text{Dy}_{0.01}$ 、 $\text{Ni}_{55}\text{Al}_{44}\text{Dy}_1$ 、 $\text{Ni}_{50}\text{Al}_{48.5}\text{Dy}_{1.5}$ 、 $\text{Ni}_{57}\text{Al}_{40}\text{Dy}_3$ 的热障涂层氧化性能分别为 230、290、200 小时才开始失效。

实 施 例 2： 制 $\text{Ni}_{50}\text{Al}_{49.9}\text{Dy}_{0.1}$

按照名义成分为 $\text{Ni}_{50}\text{Al}_{49.9}\text{Dy}_{0.1}$ 进行配料，其原材料镍和铝的纯度为 99.999%，镝纯度为 99.99%。

采用真空电弧熔炼 $\text{Ni}_{50}\text{Al}_{49.9}\text{Dy}_{0.1}$ 铸锭，真空度为 $5 \times 10^{-4} \text{ Pa}$ ，翻炼 4 次即可熔炼均匀。

用扫描电镜观察发现 Dy 主要沿 NiAl 晶界分布。

将试样用线切割方法切出 $10 \times 10 \times 3\text{mm}^3$ 的小片，用砂纸打磨光滑，然后分别用丙酮、酒精超声 15 分钟，再将样品烘干。在 1200°C 氧化 305 小时，氧化增重约为 1.0mg/cm^2 。

用扫描电镜观察氧化后表面及截面形貌，发现氧化膜剥落很少，氧化膜平直，粘附性很好。如附图 4。

(参见图 2 所示) 采用电子束物理气相沉积方法在基体上制热障涂层的工艺为：

(A) 将 $\text{Ni}_{50}\text{Al}_{49.9}\text{Dy}_{0.1}$ 放入电子束物理气相沉积设备的 A 坩埚 2 内，并将镍基高温合金基体安装于基板 5 上；

(B) 抽真空室 1 的真空度至 $5 \times 10^{-4}\text{Pa}$ ；

(C) 设定旋转基板架 6 的旋转速度 15 rpm；

采用电子束加热基板 5 至 $600\sim 900^\circ\text{C}$ ，电子束电压 18kV；

(D) 沉积粘结层：预蒸发粘结层材料料棒，并调节电子束流 1.6A，料棒上升速率 0.9mm/min ，沉积速率 $1.8\text{ }\mu\text{m/min}$ ；拉开挡板 4，蒸发沉积粘结层开始，沉积完成后取出，放入真空热处理炉内进行真空热处理 4hrs，热处理温度 1050°C ；

(E) 沉积陶瓷层：将经 (D) 处理后的镍基高温合金基体安装于电子束物理气相沉积设备的基板 5 上，并调节旋转基板架 6 至装有陶瓷材料的 B 坩埚 3 上方，调节电子束流 1.6A，料棒上升速率 1.4mm/min ，沉积速率 $2.8\mu\text{m/min}$ ；拉开挡板 4，蒸发沉积陶瓷层开始，沉积完成后闭合挡板 4，沉积完成后取出，即制得含有 $\text{Ni}_{50}\text{Al}_{49.9}\text{Dy}_{0.1}$ 粘结层的热障涂层。

制得含有 $\text{Ni}_{50}\text{Al}_{49.9}\text{Dy}_{0.1}$ 粘结层的热障涂层的氧化性能为 260 小时才开始失效。

实 施 例 3：制 $\text{Ni}_{55}\text{Al}_{44.5}\text{Dy}_{0.5}$

按照名义成分为 $\text{Ni}_{55}\text{Al}_{44.5}\text{Dy}_{0.5}$ 进行配料，其原材料镍和铝的纯度为 99.999%，镝纯度为 99.99%。

采用真空电弧熔炼 $\text{Ni}_{55}\text{Al}_{44.5}\text{Dy}_{0.5}$ 合金铸锭，真空度为 $5 \times 10^{-4}\text{Pa}$ ，熔炼温度 2500°C ，翻炼 4 次即可熔炼均匀。

用扫描电镜观察发现 Dy 主要沿 NiAl 晶界分布。

将试样用线切割方法切出 $10 \times 10 \times 3\text{mm}^3$ 的小片，用砂纸打磨光滑，然后分别用丙酮、酒精超声 15 分钟，再将样品烘干。在 1200°C 氧化 305 小时，氧化增重约为 1.5mg/cm^2 。

采用电子束物理气相沉积方法在基体上制热障涂层的工艺为：

- (A) 将 $\text{Ni}_{55}\text{Al}_{44.5}\text{Dy}_{0.5}$ 料棒放入电子束物理气相沉积设备的 A 坩埚 2 内，并将镍基高温合金基体安装于基板 5 上；
 - (B) 抽真空室 1 的真空度至 $5 \times 10^{-4} \text{ Pa}$ ；
 - (C) 设定旋转基板架 6 的旋转速度 20 rpm；
- 采用电子束加热基板 5 至 900°C，电子束电压 19kV；
- (D) 沉积粘结层：预蒸发粘结层材料料棒，并调节电子束流 2.0A，料棒上升速率 1.0mm/min，沉积速率 2.0 $\mu\text{m}/\text{min}$ ；拉开挡板 4，蒸发沉积粘结层开始，沉积完成后取出，放入真空热处理炉内进行真空热处理 6h，热处理温度 1100°C；
 - (E) 沉积陶瓷层：将经 (D) 处理后的镍基高温合金基体安装于电子束物理气相沉积设备的基板 5 上，并调节旋转基板架 6 至装有陶瓷材料的 B 坩埚 3 上方，调节电子束流 1.8A，料棒上升速率 1.6mm/min，沉积速率 3.0 $\mu\text{m}/\text{min}$ ；拉开挡板 4，蒸发沉积陶瓷层开始，沉积完成后闭合挡板 4，沉积完成后取出，即制得含有 $\text{Ni}_{55}\text{Al}_{44.5}\text{Dy}_{0.5}$ 粘结层的热障涂层。制得含有 $\text{Ni}_{55}\text{Al}_{44.5}\text{Dy}_{0.5}$ 粘结层的热障涂层的氧化性能为 210 小时才开始失效。

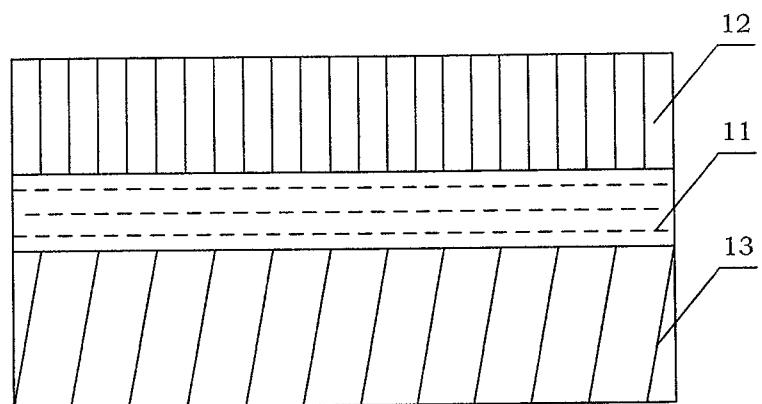


图1

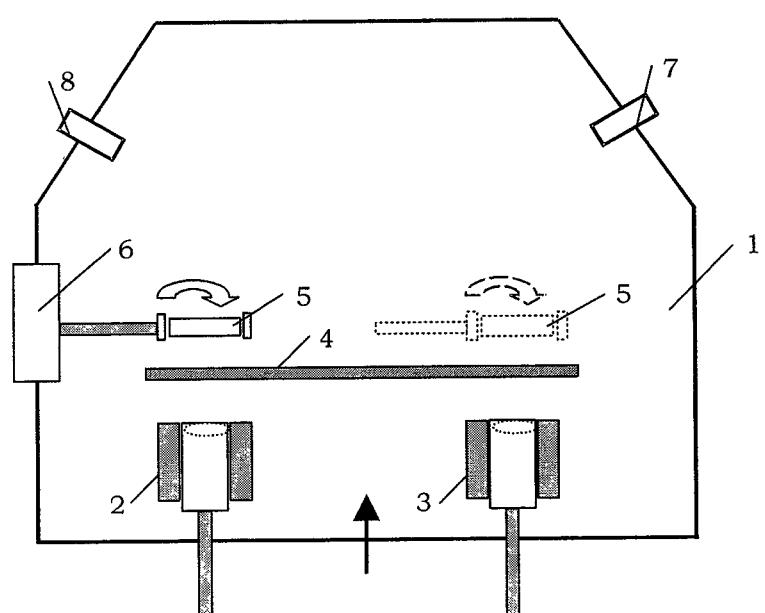


图2



图3

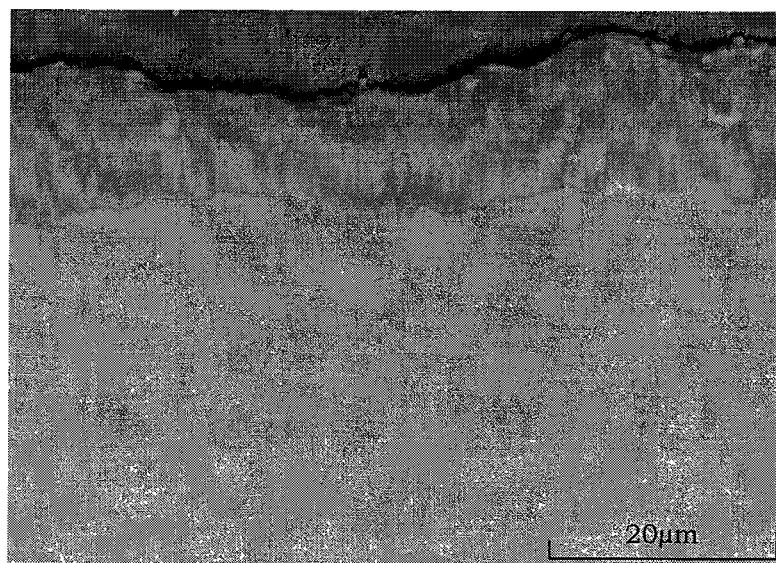


图4