

中国表面工程协会团体标准

《电子束物理气相沉积用 8YSZ 陶瓷靶材技术条件》

编制说明

《电子束物理气相沉积用 8YSZ 陶瓷靶材技术条件》编制组

2022 年 4 月

目 录

1 项目背景.....	1
1.1 任务来源.....	1
1.2 工作过程.....	1
2 标准制定的必要性.....	2
3 国内外相关情况.....	2
4 编制原则.....	3
5 主要技术内容说明.....	3
5.1 层次框架.....	3
5.2 技术内容.....	4
6 对实施本标准的建议.....	5
7 与有关的现行法律、法规和强制性标准的关系.....	5

1 项目背景

1.1 任务来源

热障涂层是燃气涡轮发动机（航空发动机和燃气轮机）热端部件不可或缺的核心关键技术，是高性能航空发动机和燃气轮机热端部件制造三大关键技术之一。热障涂层由抗氧化腐蚀的粘结层（通常为 MCrAlY 或 PtAl ）和高隔热、耐腐蚀的陶瓷层组成，氧化钇部分稳定氧化锆（简称 8YSZ）是 1200°C 以下服役环境下，综合性能最优异、应用最成熟的陶瓷层材料，在热端部件获得了广泛应用。大气等离子喷涂（APS）和电子束物理气相沉积技术（EB-PVD）作为成熟应用的两大陶瓷层制备技术，APS 采用流动性良好的陶瓷粉体作为喷涂原料，EB-PVD 采用一定致密度的陶瓷层靶材作为原料。电子束物理气相沉积技术是利用高能电子束作为热源，在真空环境下通过电子束将靶材熔化、蒸发后沉积在工件表面的一种涂层制备技术。陶瓷靶材作为热障涂层的源头材料，靶材性能和涂层特殊微结构是决定热障涂层性能和服役性能的核心和关键，是控制涂层性能和涂层质量稳定性的基础。为制备出性能优异的 EB-PVD 热障涂层，须对陶瓷靶材的成分、微结构和物理特性等加以控制。为进一步提炼靶材原料质量控制要素、性能评价方法和供货技术条件，促进本领域、本行业的发展，北京金轮坤天特种机械有限公司向中国表面工程协会自主申报了《电子束物理气相沉积用 8YSZ 陶瓷靶材技术条件》（以下简称《技术条件》）。经标委会组织专家审查后，予以立项编制，项目编号 CSEA202202。

1.2 工作过程

从接到标准的编写任务开始，北京金轮坤天特种机械有限公司成立标准编制组，并组织召开了编制讨论会，制订了具体的工作计划，明确了技术路线，并根据工作需要组内成员进行任务分工。

2022 年 4 月，编制组完成了《技术条件》（初稿），在广泛征求各方专家和生产企业的意见和建议后，编制组编写完成《技术条件》（征求意见稿），并发送相关单位进行了意见征询。根据反馈意见，编制组对《技术条件》（征求意见稿）进行了完善，并开展了征求意见。

2022 年 9 月，编制组根据征求意见内容，对《技术条件》进行了再次修改

后报送中国表面工程协会。

2022 年 12 月，编制组完成《电子束物理气相沉积用 8YSZ 陶瓷靶材技术条件》送审稿，召开专家评审会。

2 标准制定的必要性

我国在热障涂层领域起步较晚，虽然已获得了应用，取得了一定成效，但专用材料规范化不足，在材料精细化和系列化方面和国外尚存在一定的差距，一定程度上制约了我国关键动力系统核心热防护涂层技术的发展和應用。EB-PVD 热障涂层技术也存在相同的问题，EB-PVD 技术采用一定直径和长度（直径 68~68.5mm，长度 100~200mm）的大尺寸陶瓷靶材为涂层原材料，在涂层制备过程中，高密度的陶瓷靶材仅在靶材表面的局部区域熔化形成熔池，形成大温度梯度和高应力作用，当靶材综合性能较差时，靶材容易出现断裂、破裂等现象，蒸发过程中在断裂区容易出现塌陷、异常放气和靶材喷溅等不稳定因素，影响涂层蒸发过程稳定性和产品合格率，陶瓷靶材密度、晶粒尺寸和相结构等对靶材使用性能存在一定影响，对上述因素加以控制可以有效提高靶材综合性能和使用稳定性，有效避免熔池喷溅、靶材蒸发过程中开裂等不稳定性因素导致涂层不合格，对控制涂层质量、提高产品合格率至关重要，但适用于 EB-PVD 技术的陶瓷靶材制备难度大、物理特性控制要求高，对其 EB-PVD 涂层的源头材料进行规范化，有助于行业进一步推动 EB-PVD 技术的稳定应用和技术发展。

目前国内针对特定型号发动机的电子束物理气相沉积用陶瓷靶材形成了专属型号规范，未公开使用，对特殊场景应用的靶材物理特性和检验方法提出了相关规定。在相关部委的支持下，国机集团中国农机院在国内承担的两机专项项目开展了化学合成物料制备 8YSZ 陶瓷靶材的研制工作，形成了 EB-PVD 用靶材产品，显著提高了蒸发稳定性、蒸发效率和涂层的高温相稳定性，利用相关研制成果，进一步提炼了靶材原料质量控制要素、性能评价方法和供货技术条件，有利于促进本领域、本行业的发展。

3 国内外相关情况

目前美国 Skywork、法国圣戈班、乌克兰 Paton 及德国相关单位等均已掌握了 TBCs、T/EBC 靶材的关键制备技术，并形成了相关专利，美国 Skyworks、法国圣戈班等国外靶材已经开始在国内销售。国内北京有色金属研究总院、内蒙古

包头稀土研究院、辽宁轻工院等单位也具备 EB-PVD 用靶材的研制和生产能力，但是目前仅由设计所形成了 8YSZ 陶瓷靶材型号标准，应用于专用领域，亟待形成行业标准，促进国内陶瓷靶材品质控制，强化靶材使用稳定性相关指标控制，优化形成高性能陶瓷靶材供货技术条件。

随着 EB-PVD 涂层在我国航空发动机和轻型燃气轮机中的应用量逐步增大，对高品质陶瓷靶材的要求进一步提升。国内靶材制备方法多采用固相合成原材料制备，使用氧化钇（ Y_2O_3 ）和氧化锆（ ZrO_2 ）粉体进行机械混合，通过固相合成 8YSZ 后进行破碎处理，再利用冷等静压成型和高温烧结制备陶瓷靶材。但是采用固态粉末为原料的固相合成技术制备的 8YSZ 存在稳定剂 Y_2O_3 不能完全固溶的问题，使涂层高温相稳定性不高。国外已掌握了以化学法共沉淀法合成 8YSZ 粉体为原料的先进靶材制备工艺方法，通过对化学共沉淀合成粉体进行造粒处理，采用模压/冷等静压或者复合压制的方法进行压制成型，控制合理的热处理制度对靶材进行热处理，制备出高性能 EB-PVD 用 8YSZ 陶瓷靶材。

4 编制原则

（1）科学性原则。在制定本技术条件时，充分总结现有 EB-PVD 用 8YSZ 陶瓷靶材性能及技术指标，结合 8YSZ 陶瓷靶材实际使用工况对使用稳定性的要求，考虑理论和方法的科学性，科学制定电子束物理气相沉积用 8YSZ 陶瓷靶材技术条件。

（2）实用性原则。在本制定技术条件时，充分考虑目前我国电子束物理气相沉积用 8YSZ 陶瓷靶材行业现状，确保条件中提出的 8YSZ 陶瓷靶材技术条件具有可行性。

（3）兼容性原则。在制定本技术条件时，充分考虑国家标准和行业标准中对靶材技术条件的相关规定，以保证与它们的兼容性。

5 主要技术内容说明

5.1 层次框架

本技术条件正文由 5 部分组成，包括：

- （1）范围
- （2）规范性引用文件

- (3) 技术要求
- (4) 质量保证
- (5) 标志、包装、运输、贮存和质量证明书

5.2 技术内容

5.2.1 范围

本文件适用于采用化学共沉淀法、电熔法合成的高纯氧化钇部分稳定氧化锆 ($\text{ZrO}_2(\text{HfO}_2)$ -7~8 wt. % Y_2O_3) 原材料所制备的陶瓷靶材的技术要求、质量保证, 标志、包装、运输和贮存等。

5.2.2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中, 注日期的引用文件, 仅该日期对应的版本适用于本文件; 不注日期的引用文件, 其最新版本 (包括所有的修改单) 适用于本文件。

GB/T 4984 含锆耐火材料化学分析方法

GB/T 13747.16 锆及锆合金化学分析方法 第 16 部分: 氯量的测定 氯化银浊度法和离子选择性电极法

GB/T 20123 钢铁 总碳硫含量的测定 高频感应炉燃烧后红外吸收法 (常规方法)

GB/T 21649.1 粒度分析 图像分析法 第 1 部分: 静态图像分析法

YB/T 5320 金属材料定量相分析 X 射线衍射 K 值法

YS/T 568.1 氧化锆、氧化钪化学分析方法 第 1 部分: 氧化锆和氧化钪含量的测定 苦杏仁酸重量法

YS/T 568.2 氧化锆、氧化钪化学分析方法 第 2 部分: 铁量的测定 磺基水杨酸分光光度法

YS/T 568.3 氧化锆、氧化钪化学分析方法 第 3 部分: 硅量的测定 硅钼蓝分光光度法

YS/T 568.4 氧化锆、氧化钪化学分析方法 第 4 部分: 铝量的测定 铬天青 S-氯化十四烷基吡啶分光光度法

YS/T 568.6 氧化锆、氧化钪化学分析方法 第 6 部分: 钛量的测定 二安替吡啶甲烷分光光度法

YS/T 568.8 氧化锆、氧化钪化学分析方法 第 8 部分: 氧化锆中铝、钙、镁、锰、钠、镍、铁、钛、锌、钼、钒、钪量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

5.2.3 技术条件

包含 8YSZ 陶瓷靶材的化学成分、外观、晶体结构、平均晶粒度、密度、密度均匀性、靶材尺寸等性能要求。

5.2.4 试验方法

本技术条件对 8YSZ 陶瓷靶材化学成分、外观、晶体结构、平均晶粒度、密度、密度均匀性、靶材尺寸等性能进行相应的规定，确保 8YSZ 陶瓷靶材各项性能测试方法的规范性、合理性。

5.2.5 标志、包装、运输、贮存和质量证明书

本技术条件对 8YSZ 陶瓷靶材产品的标志、质量证明书及包装、运输、贮存等方面进行了相应的规格，确保产品使用时的有效性。

6 对实施本标准的建议

本技术条件作为表面工程行业标准，仅为现阶段指导性标准，未来应根据实施情况适时对本技术条件进行完善、修订与补充。建议本技术条件发布实施后，行业主管部门组织对本标准进行宣贯。

7 与有关的现行法律、法规和强制性标准的关系

本技术条件与现行法律、法规和强制性标准没有冲突。