DZ125 合金 HY3 包覆型涂层退除研究

蔡妍[1,2]，李建平[1]，汤智慧[2]，牟仁德[1]

（1. 中国航发北京航空材料研究院，北京 100095；2. 航空材料先进腐蚀与防护航空科技重点实验室，北京 100095）

摘要：目的 研究化学法退除 DZ125 合金 HY3 包覆型涂层。**方法** 采用真空电弧镀技术（AIP）在定向凝固镍基高温合金 DZ125 上制备包覆型涂层 HY3，利用化学方法完全退除基体上的涂层，通过失重法研究对比 1#和 2#退除溶液退除 HY3 涂层和 DZ125 合金的退除速率，采用扫描电镜（SEM）对退除后的 HY3 涂层和 DZ125 基体的微观组织进行观察。**结果** 经过 100 min，2#溶液可以将 20 μm 左右的 HY3 涂层完全退除，采用 1#溶液需要超过 100 min 才能完全退除涂层。两种对 DZ125 合金的腐蚀性很小，对于同一种合金而言，1#溶液和 2#溶液对合金的腐蚀速率比值为 1∶13。在 1#溶液中，合金与涂层腐蚀速率的比值为 1∶87.65；在 2#退除溶液中，合金与涂层腐蚀速率的比值为 1∶6.81。**结论** 1#溶液更加适合退除 DZ125 合金上的 HY3 涂层。

关键词：包覆型涂层；HY3；真空电弧镀；DZ125 合金；退除工艺；化学法；

DOI：10.7643/ issn.1672-9242.2018.12.021

中图分类号：TG174.4 **文献标识码：**A

文章编号：1672-9242(2018)12-0115-05

Removing HY3 Coating on DZ125 Alloy

CAI Yan[1,2], *LI Jian-ping*[1,2], *TANG Zhi-hui*[1,2], *MU Ren-de*[1,2]

(1. Beijing Institute of Aeronautical Materials 100095, China; 2. Aviation Key Laboratory of Science and Technology on advanced Corrosion and Protection for Aviation Material, Beijing 100095, China)

ABSTRACT: Objective To research the method for chemical removing of HY3 overlay coating on DZ125 alloy. **Methods** The arc vacuum spraying technology was used to prepare overlay coating on the controlled directional solidification nickel-base super-alloy. The coating was basically removed via chemical method. The removing rate of HY3 and DZ125 alloy with removing solution 1# and 2# were compared through the weight loss method. The microstructure of HY3 coating and DZ125 substrate after removing were observed with SEM. **Results** The coatings were fully removed by solution 2# 100 min later; while it took over 100 min for soluntion1#. Both have small corrosion to DZ125 alloy. For the same alloy, the removing ratio of solution 1# and solution 1# was 1:13. In solution 1#, the corrosion rate of alloy and coating was 1:87.65. In solition 2#, the corrosion rate of alloy and coating is 1:6.81. **Conclusion** It is showed that solution 1# is more suitable for removing the coating.

KEY WORDS: overlay coating; HY3; AIP; DZ125 alloy; removing technology; chemical method

DZ125 合金是我国目前性能水平最高的定向凝固镍基铸造高温合金之一，具有良好的中、高温综合性能及优异的热疲劳性能，适合于制作在 1000 ℃以下工作的燃气涡轮转子叶片和 1050 ℃以下工作的导向叶片，以及其他高温零件[1]。随着现代航空发动机涡轮技术的不断发展，要求涡轮部件材料能够在更高

收稿日期：2018-09-18；**修订日期：**2018-10-11

基金项目：海装预研“先进高温耐蚀防护涂层技术”；装备预研“抑红外热障功能涂层物理气相沉积制备技术”

作者简介：蔡妍（1979—），女，江西人，博士，高级工程师，主要研究方向为高温防护涂层制备及评价。

的温度下工作，为了使 DZ125 合金用于涡轮叶片具有更好的综合性能，采用高性能防护涂层是合金在恶劣环境下工作安全可靠的保证[2-4]。

目前常用的涂层是采用真空电弧镀技术制备的第三代高温防护涂层-包覆型涂层。包覆型涂层对于保护涡轮叶片材料，提高合金的抗高温氧化、抗热腐蚀性能起着非常重要的作用[2-6]。在涂层加工、运输和使用中，由于涂层的局部或全部可能受到不同程度的损伤和破坏，导致涂层失效[5]。另外，在运行过程中，叶尖经常与涡轮外环摩擦，导致叶片尖部涂层磨损、腐蚀或者出现微小裂纹[8]。再者叶片在寿命期间经过 2～3 次修理，涂层相应需要进行修复[8]。由于高温合金和叶片加工费用昂贵，通过局部或者修复涂层，可延长叶片使用寿命[7]，因此，涂层的修复技术在实际应用中，显得至关重要[7-10]。目前国内外已经开展对于包覆型涂层 HY3 去除及再涂覆的研究，但是内容集中于涂层的去除方法以及再涂覆后的性能宏观表征[7-10]，而如何保证完全去除 HY3 涂层且对 DZ125 合金没有影响的技术尚需进一步研究。

文中采用真空电弧镀方法在 DZ125 合金上涂覆包覆型涂层 HY3（NiCrAlYSi），采用化学法退除 HY3 涂层，研究涂层的退除对 DZ125 合金以及 HY3 涂层的影响。该研究对于在役叶片（合金为 DZ125）包覆型涂层 HY3 的修复具有重要的指导意义。

1 试验

1.1 涂层制备

采用 DZ125 定向凝固镍基高温合金作为基体材料，其名义成分（质量分数）为：Cr 9.4%、Al 5.4%、Co 10.5%、W 7.5%、Mo 2.5%、Hf 1.8%、Ti 1.2%、Ni 余量，试样尺寸为 30 mm×10 mm×1.5 mm。采用真空电弧镀设备在合金试样上涂覆 20～30 μm 的 HY3 涂层，然后进行 870 ℃/3 h 真空扩散处理。

1.2 涂层退除

1）分别配置 1#和 2#退除溶液，搅拌均匀，待溶液中固体成分完全溶解后放置 24 h。退除前对试样进行湿吹砂处理，最大压力为 0.3 MPa，清洗、干燥后将 DZ125 合金试样和带 HY3 涂层试样放入退除溶液中进行涂层退除处理。

2）在退除过程中，每 20 min 取出合金/涂层试样进行观察外观、称量分析，直至 100 min。为了对比，有两组试样（合金、涂层）采用蜡封试样的 1/2，放在退除溶液一直进行退除。

3）退除溶液由无色完全变成墨绿色甚至黑色时，应该重新配置溶液。退除涂层和合金的试样以表面微显晶为限度，防止出现过腐蚀的现象[9]。

4）退除后采用热着色法检验涂层是否退除完全。将退除后的试样在 565～595 ℃下加热 1 h，出现蓝色代表涂层退除完成，土黄色或者金黄色代表有涂层残留，然后视情将试样再次放入退除溶液中继续进行涂层退除。具体的方法流程为[7,9-10]：沉积涂层→吹砂→涂蜡→化学溶液退除→拭净→称量→金相。

1.3 性能测试及组织观察

采用数码照相机拍摄试样退除前后的表面状态进行外观对比分析[9]。采用电子分析天平（精度为 0.1 mg）BS110S 称量计算退除过程中试样的质量变化，从而计算退除速率[9]。采用扫描电子显微镜（SEM, FEI-Quanta 600）分别观察合金、涂层的表面及横截面显微形貌，同时借助能谱仪（EDS, Oxford INCAx-sight 6427）检测相关区域的涂层成分[11]。

2 结果和讨论

2.1 涂层的退除溶液

表 1 为退除 DZ125 合金上沉积态 HY3 涂层的化学溶液。1#溶液为强酸性退除溶液，2#溶液为添加酸性盐的强酸性退除溶液。

表 1 HY3 涂层退除溶液

Solution	Components	Application	Specification
1#	Strong acids Strong acid H_2O	DZ125+ HY3 coating	Temperature: 40~50 ℃ Time: 100 min Gas
2#	Strong acid Strong acid Acid salt H_2O	DZ125+ HY3 coating	Temperature: 80~85 ℃ Time: 100 min~Gas

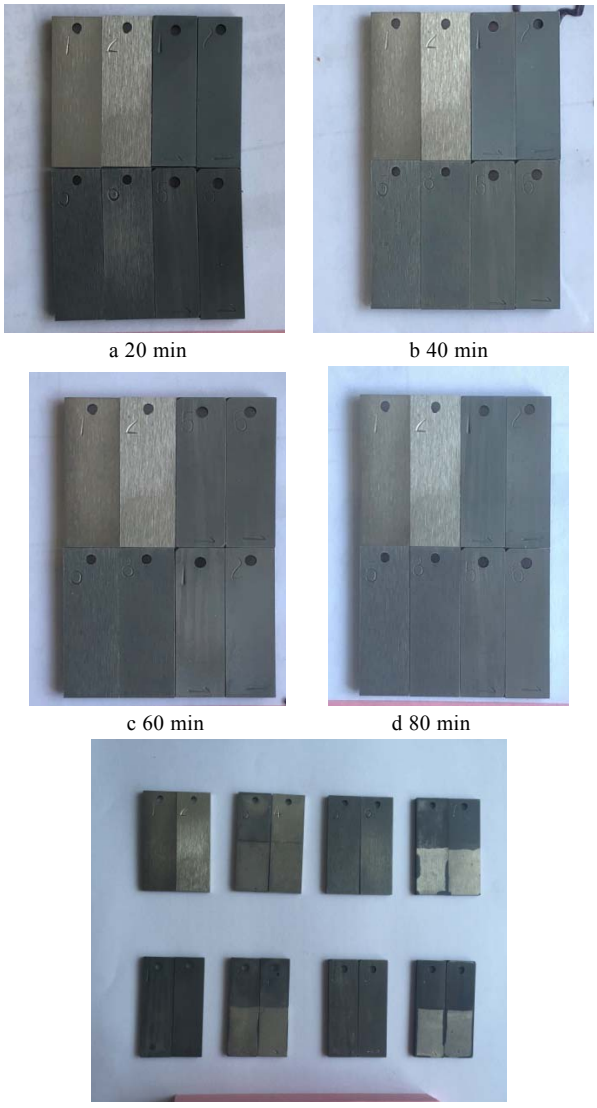
选择退除溶液的原则是退除溶液能够退除涂层，并且不损伤合金基体，即合金与涂层的腐蚀速率相差很大。1#溶液中针对涂层铝含量比合金高（涂层中的 Al 的质量分数为 10%~12%，合金为 5%~6%）的特点，在合适的温度和溶液浓度下，控制退除溶液的反应活度，从而使得在 100 min 内，溶液优先与涂层中的保护性涂层元素 Al、Cr 反应[12]。结合合金、涂层退除后外观、质量变化以及退除后的截面微观分析，1#退除溶液需要大于 100 min 才能退除涂层。从退除速率比值来看，1#溶液在退除涂层的同时，对合金基本无损伤，因而 1#退除溶液更加适合退除涂层。

2.2 涂层退除后形貌

2.2.1 表面形貌

DZ125 合金、DZ125+HY3 涂层在 1#和 2#溶液中反应后的外观如图 1a—d 所示，反应时间分别为 20、40、60、80 min。图 1e 是 DZ125 合金、DZ125+HY3 涂层、DZ125 合金（保护 1/2）、DZ125+HY3 涂层（保护 1/2）在两种溶液中反应 100 min 后的外观。从外

观来看，DZ125 合金在溶液中反应 100 min 后，表面无明显侵蚀痕迹。DZ125+HY3 涂层试样在溶液中反应 100 min 后，试样表面呈现均匀灰黑色，无明显腐蚀痕迹。从图 5 可见，带涂层的试样，被保护的区域，涂层依然存在；未经保护的区域，涂层已经被完全去除。合金试样，保护和没有保护的区域外观基本一致，没有明显差异。



a 20 min　　b 40 min

c 60 min　　d 80 min

e 100 min

图 1　DZ125 合金、DZ125+HY3 涂层在两种溶液中不同反应时间后的外观

2.2.2　截面形貌

DZ125+HY3 涂层试样被保护区域在 2#溶液中退除 100 min 后的截面显微形貌如图 2 所示。可以看出，反应 100 min 后，由于保护剂的作用，涂层没有被退除溶液侵蚀，涂层与基体界面完整，涂层表面均匀平整，能谱分析如图 3 所示。涂层成分依然为 NiCrAlYSi（Ni-21.11Cr-8.72Al-Y-0.77Si-2Co），涂层厚度为 22 μm 左右。

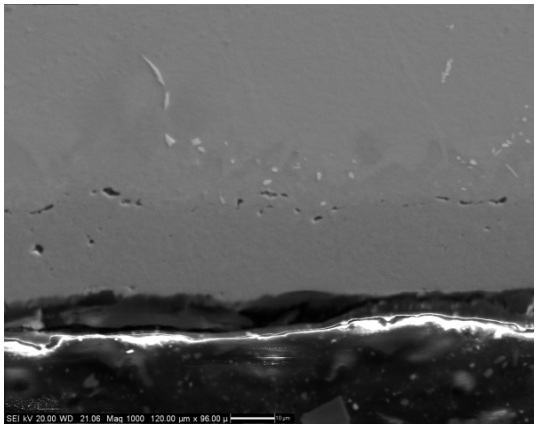
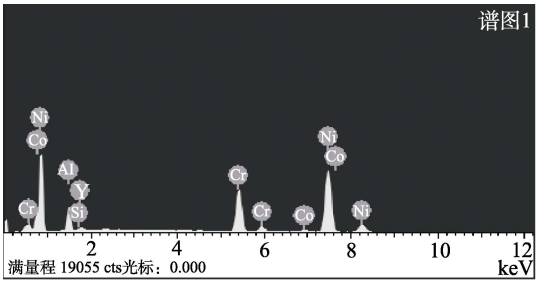


图 2　试样被保护区域在 2#溶液中退除 100 min 后的截面显微形貌

DZ125+HY3 涂层试样未被保护区域在 2#溶液中退除 100 min 后的截面显微形貌如图 4 所示。从图 4 可见，在溶液 2 中反应 100 min 后，涂层完全被退除，涂层与基体界面完整，合金表面均匀平整。能谱分析如图 5 所示，合金成分依然为 DZ125 的主要成分（9.99Co-8.91Cr-5.0Al-2.22Mo-3.61Ta-8.47W-3.71C-0.94Ti-Ni 余量）。

DZ125+HY3 涂层试样保护、未保护的分界点在 1#溶液中退除 100 min 后的截面形貌如图 6 所示。从图 10 可见，剩余的涂层为 22 μm 左右，证明保护剂能够有效保护涂层不被退除溶液侵蚀。左边的区域可见涂层已经完全退除，表明溶液能够在 100 min 有效全部退除 22 μm 左右的涂层。

DZ125+HY3 涂层试样被保护区域在 1#溶液中退除 100 min 后的截面显微形貌如图 7 所示。从图 7 可



Element	*w*/%
Al	8.72
Si	0.77
Cr	21.11
Co	2.00
Ni	67.40
Y	0.00
Total	100

图 3　试样被保护区域在 2#溶液中退除 100 min 后的涂层能谱

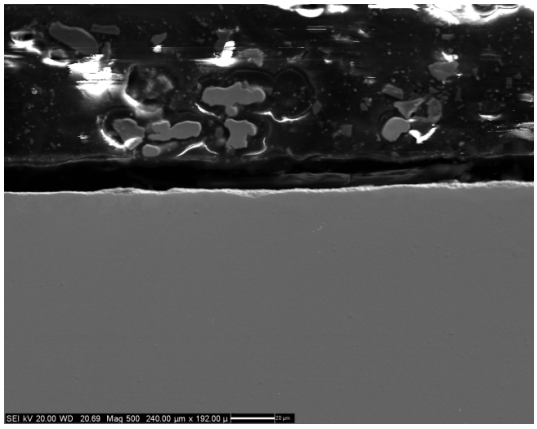


图 4　试样未被保护区域在 2#溶液中退除 100 min 后的截面显微形貌

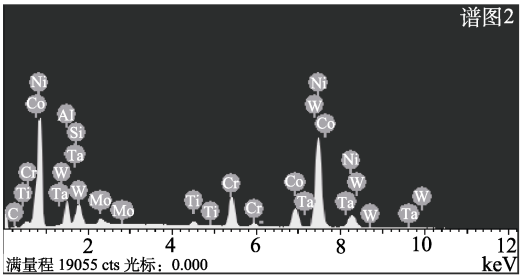
见，在反应 100 min 后，由于保护剂的作用，涂层没有被退除溶液侵蚀，涂层与基体界面完整，涂层表面均匀平整。

DZ125+HY3 涂层试样未被保护区域在 1#溶液中退除 100 min 后的截面显微形貌如图 8 所示。从图 8 可见，在反应 100 min 后，涂层还有部分未退除，需要延长退除时间方能全部退除涂层。

2.2.3　涂层退除速率

DZ125 合金、DZ125+HY3 涂层在两种溶液中反应的退除速率如图 9 所示。

从图 9 可见，涂层试样在 2#溶液中反应很快，反应 20 min 就减轻了 15.746 mg/cm^2。随后趋于平缓，



Element	*w*/%
Al K	3.71
Si K	5.00
Cr K	0.94
Co K	8.91
Ni K	9.99
Mo L	57.15
Ta M	2.22
W M	3.61
	8.47
Total	100

图 5　试样未被保护区域在 2#溶液中退除 100 min 后的截面能谱

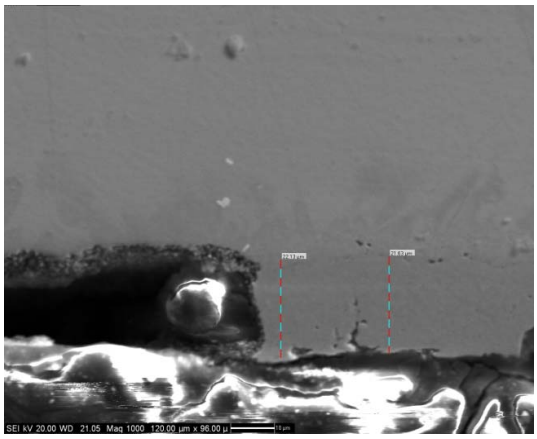


图 6　试样在 1#溶液中退除 100 min 后的截面形貌

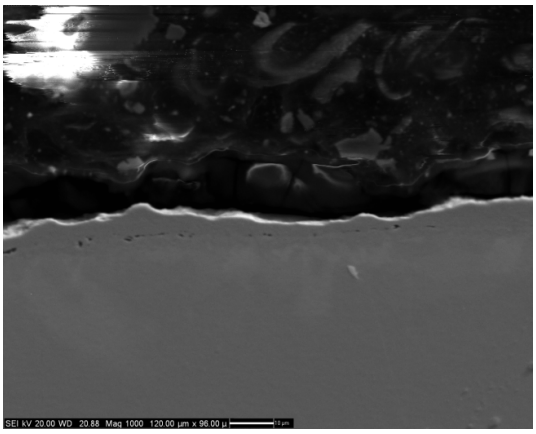


图 8　试样未被保护区域在 1#溶液中退除 100 min 后的截面显微形貌

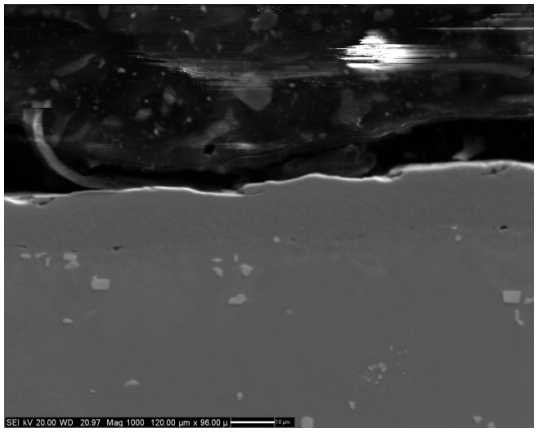


图 7　试样被保护区域在 1#溶液中退除 100 min 后的截面显微形貌

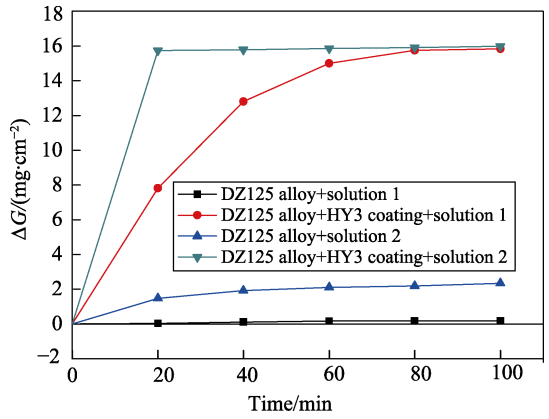


图 9　DZ125 合金、DZ125+HY3 涂层在两种溶液中反应的退除速率

在 40、60、80、100 min，质量减轻分别为 15.79、15.86、15.91、15.99 mg/cm^2。涂层试样在 1$^{\#}$溶液中反应比较平和，呈现抛物线上扬趋势，反应从 20~40 min，质量减轻分别为 7.823 mg/cm^2 和 12.80 mg/cm^2，在随后的 60、80、100 min，减轻速率开始趋于平稳，分别为 15.01、15.75、15.83 mg/cm^2。

3　结论

1）两种溶液均能完全退除涂层。采用 2#溶液在 100 min 内可以将 20 mm 的 HY3 涂层完全退除；1#溶液需要超过 100 min 才能完全退除涂层。

2）溶液对合金的腐蚀性很小，对于同一种合金而言，1$^{\#}$溶液和 2$^{\#}$溶液对其的腐蚀速率比值为 1∶13。

3）1$^{\#}$溶液更适合于退除涂层。在 1$^{\#}$溶液中，合金与涂层腐蚀速率的比值是 1∶87.65；在 2$^{\#}$溶液中，合金与涂层腐蚀速率的比值为 1∶6.81。

参考文献：

[1] 田宁. 长寿命服役条件下 DZl25 合金的蠕变行为及影响因素[D]. 沈阳: 沈阳工业大学, 2014.

[2] 李建平, 吴凤筠, 李伟光. DD3 单晶合金 HY3 涂层的防护性能[J]. 腐蚀与防护, 2000, 21(6): 269-271.

[3] 李伟光, 李建平. IC6 合金真空电弧镀沉积 HY3 防护涂层研究[J]. 腐蚀与防护, 2000, 21(9): 396-412.

[4] 蔡妍, 陆峰, 陶春虎, 等. 电弧离子镀 Al 扩散障结构及抗高温氧化性能研究[J]. 航空材料学报, 2010, 30(1): 57-61.

[5] 李民, 程玉贤. 航空发动机用高温防护涂层研究进展[J]. 中国表面工程, 2012, 25(1): 16-21.

[6] 李建平, 陆峰, 蔡妍, 张鹏飞. 真空电弧镀沉积高温防护涂层技术[J]. 真空, 2008, 45(1): 34-36.

[7] 蔡妍, 陆峰, 李建平. HY3 包覆型涂层修复对 DD3 合金性能的影响[J]. 稀有金属材料与工程, 2008(1): 152-155.

[8] 孙立. 关于发动机高压涡轮叶片修理[J]. 航空维修与工程, 2015(1): 35.

[9] 蔡妍, 李建平, 陆峰. Cr 对 HY3 包覆型涂层退除的影响[J]. 材料工程, 2006(3): 33-36.

[10] 蔡妍, 李建平, 陆峰. 铁粉对 NiCrAIYSi 涂层退除的作用研究[J]. 材料保护, 2006(7): 162-164.

[11] 王占考, 许振华, 戴建伟, 等. 铂改性铝化物涂层的高温防护性能研究[J]. 装备环境工程, 2016, 13(3): 76-81.

[12] 朱日彰. 金属学原理[M]. 北京: 冶金工业出版社, 1998.