

激光重熔等离子喷涂 Al_2O_3 -13 % TiO_2 涂层的组织结构

龚志强, 吴子健, 刘焱飞, 吕艳红

(钢铁研究总院, 北京 100081)

摘 要: 采用等离子喷涂方法制备 Al_2O_3 -13 % TiO_2 涂层, 对涂层进行激光重熔处理。利用电子扫描显微镜 (SEM) 观察涂层断面组织, 金相截面组织和金相表面组织形貌, 分析激光重熔处理后涂层的凝固过程。结果表明: 激光重熔处理, 使涂层由块状结构转变为平行排列, 垂直于基体方向生长的柱状晶和柱状枝晶结构。由于金属基体温度低、散热快, 使得陶瓷涂层上下温差大, 诱发了陶瓷晶粒的定向生长, 这是使陶瓷晶粒垂直于基体生长的主要原因。

关键词: 等离子喷涂; 涂层; 激光重熔

中图分类号: TG174.444

文献标识码: A

文章编号: 1007-9289(2011)01-0012-04

Microstructure of Plasma-sprayed Al_2O_3 -13 % TiO_2 Coating with Laser Remelting

GONG Zhi-qiang, WU Zi-jian, LIU Yan-fei, LU Yan-hong

(Central Iron & Steel Research Institute, Beijing 100081)

Abstract: Al_2O_3 -13 % TiO_2 coating was prepared by two steps. The first step is plasma spraying and the second step is laser remelting. Fractured morphology, metallographic cross-section morphology and surface morphology of the coating were investigated by scanning electron microscopy (SEM), solidification process of the coating after laser remelting was analysed. The results show that: after laser remelting, the structure of the coating with a massive morphology change into the parallel cellular and cellular dendritic crystal, perpendicular to the matrix. Metal matrix temperature is lower than the coating, heat dissipation is more quickly, making the temperature difference between the upper and lower ceramic coating, induced the growth of the ceramic grain orientation, Therefore, the growth direction of the ceramic perpendicular to the substrate.

Key words: plasma spraying; coatings; laser remelting

0 引 言

激光重熔处理工艺是一种快速加热和冷却工艺, 可以显著降低热喷涂涂层的孔隙率, 提高涂层与基体的结合强度, 成为改善热喷涂涂层性能的重要手段, 国内外学者进行了大量这方面的研究^[1-4]。文中利用等离子喷涂方法制备了 Al_2O_3 -13 % TiO_2 涂层, 进行了激光重熔处理, 重点讨论了激光重熔处理后涂层的组织结构变化。

1 试 验

采用钢铁研究总院自行开发设计的 PS100 超音速等离子喷涂设备制备 Al_2O_3 -13 % TiO_2 涂层。选用 45 钢作为基体材料, 尺寸为 $\Phi 30 \text{ mm} \times 8 \text{ mm}$, 打

底层材料选用镍铬合金粉末, 面层采用 Al_2O_3 -13 % TiO_2 粉末, 粉末材料成分如表 1 所示。

表 1 粉末材料成分

Table 1 The composition of the powders

材 料	粒径 / μm	材料成分 w
NiCr	15~45	Ni 80 %; Cr 20 %
Al_2O_3 -13% TiO_2	15~63	Al_2O_3 86 %; TiO_2 13 %; ZrO_2 1%;

对试样进行清洗除油, 喷砂粗糙化处理; 优化等离子喷涂参数喷涂试样 (详细参数见表 2), 涂层厚度为 0.3 mm。采用连续 CO_2 激光处理器进行激光重熔处理, 优化激光重熔参数见表 3。

采用摆锤式冲击试验机将试样沿纵向冲断, 对断面表面喷金后, 在 SN-3500N 型电子扫描显微镜下对试样断面表面的涂层区域形貌进行观察。用显微镜附带的能谱仪对涂层进行成分分析。

收稿日期: 2010-10-19; 修回日期: 2010-11-16

作者简介: 龚志强(1983—), 男(汉), 河北邯郸人, 硕士生。

表 2 等离子喷涂工艺参数
Table 2 The parameters of the plasma spraying

喷涂材料	电压 / V	电流 / A	H_2 气流量 / $\text{L}\cdot\text{h}^{-1}$	Ar 气流量 / $\text{m}^3\cdot\text{h}^{-1}$	N_2 气流量 / $\text{m}^3\cdot\text{h}^{-1}$	喷涂距离 / mm	涂层厚度 / mm
NiCr	100	550	200	4.2	0.8	110	0.1
Al_2O_3 -13 % TiO_2	120	580	250	4.2	0.8	110	0.25

表 3 激光重熔工艺参数
Table 3 The parameters of the laser remelting

功率 P / W	扫描速度 / $\text{m}\cdot\text{min}^{-1}$	光斑尺寸 Φ / mm	能量密度 J / $\text{J}\cdot\text{mm}^{-2}$	功率密度 E / $\text{W}\cdot\text{mm}^{-2}$
1400	1.0	3.5	24.0	145.6

2 结果与讨论

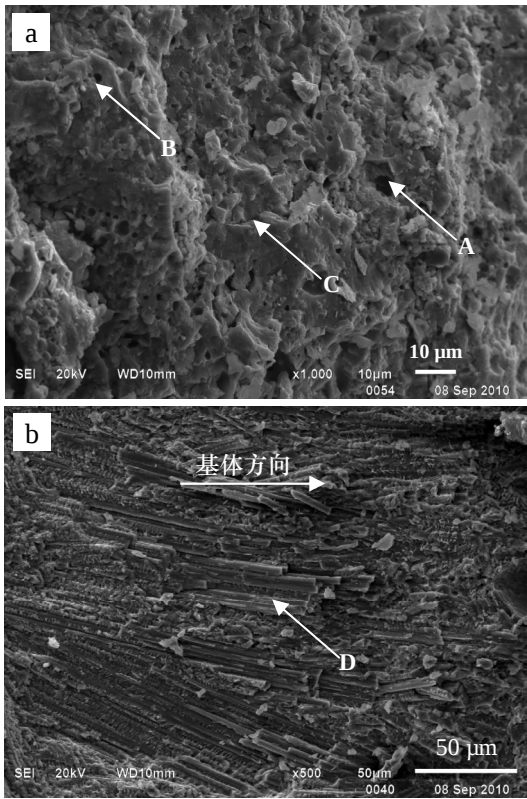
2.1 涂层的组织结构

利用电子扫描显微镜观察了 Al_2O_3 -13 % TiO_2 涂层和经过激光重熔处理之后涂层的断口形貌, 如图 1 所示。

从图 1(a)中可看出, Al_2O_3 -13 % TiO_2 涂层断口粗糙, 整体成块状结构, 涂层中含有较大孔隙如 A 处

所示, 这是由于粒子层层堆叠过程中, 部分颗粒熔化不充分, 不能完全铺展, 重叠不充分形成的; 凝固过程中熔融粒子收缩形成了较小缩孔如 B 处所示; 另外由于陶瓷不易发生塑性变形, 涂层凝固过程中产生收缩应力, 形成了细微裂纹如 C 处所示。

图 1(b)为激光重熔 Al_2O_3 -13 % TiO_2 涂层断口组织形貌。由图可见涂层致密, 无明显缺陷, 主要由长条形的平行排列的柱状晶组成如图 1(b)中 D 处所示, 柱状晶生长方向约垂直于基体。在高倍下观察如图 2, 部分柱状晶表面光滑, 各晶体间晶界明显; 部分柱状晶晶干上明显长有二次枝晶臂, 短小紧密排列如图 2 中 E 处所示, 形成柱状枝晶。这种有序、规则的排列消除了原涂层中的孔隙和裂纹, 提高了涂层的致密性, 尤其是垂直于基体生长的长条形的柱状晶组织, 对提高涂层的耐磨性是十分有利的。



(a) 激光重熔前 (b) 激光重熔后

图 1 激光重熔前后涂层断口 SEM 形貌图
Fig.1 Fractured images of the coatings before and after laser remelting

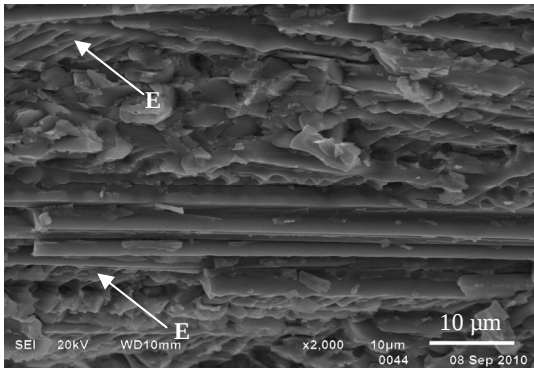


图 2 激光重熔处理后涂层断口 SEM 形貌图
Fig.2 Fractured image of the coatings after laser remelting

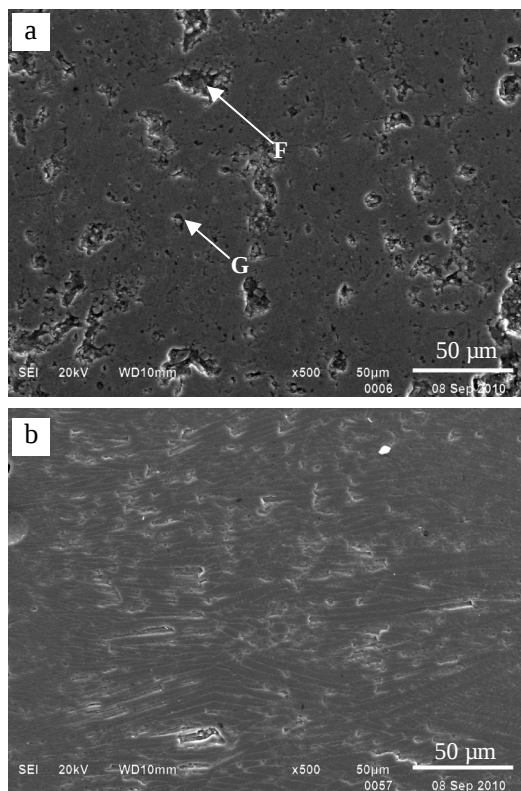
图 3 所示为 Al_2O_3 -13 % TiO_2 涂层和经过激光重熔处理之后涂层的横截面 SEM 照片。由图 3(a)可以看出, 涂层孔隙率较高, 较大的孔隙如图 3(a) F 处所示是由于粒子堆叠不充分而形成的, 由于体

积收缩而形成了较小的缩孔如 G 处所示, 与图 1 分析一致。激光重熔后涂层截面无明显孔隙, 由长条形组织平行排列组成。在高倍下观察(图 4)部分细长晶粒上长有成锯齿排列的微小二次枝晶臂如图 4 中 H 所示, 与图 1 的分析结果一致。

图 5 所示为 Al_2O_3 -13 % TiO_2 涂层和经过激光重熔处理之后涂层的金相表面 SEM 照片。由图 5(a)

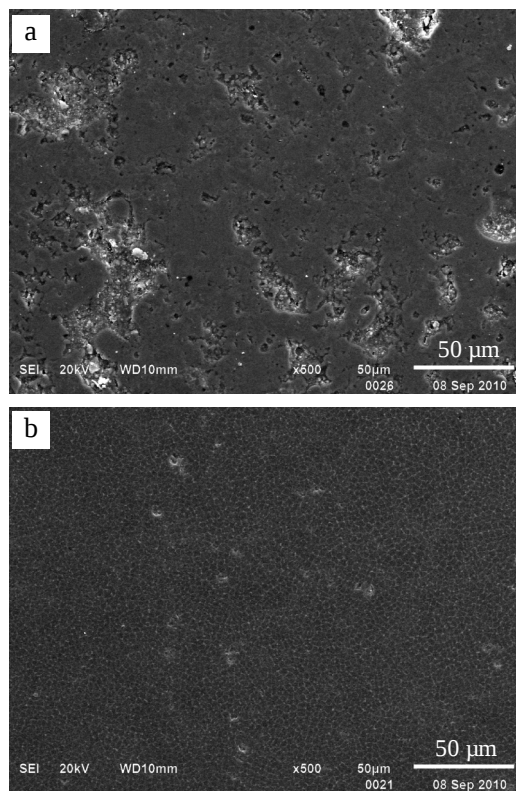
可知, 激光重熔处理前涂层金相表面形貌与金相截面形貌相似, 说明涂层组织没有明显的方向性。经激光重熔处理后, 涂层表面致密无孔隙。在高倍下观察(图 6), 涂层表面由黑色晶粒规则排列组成, 晶界处有白色物质聚集, 涂层整体呈典型的蜂窝状形貌, 说明涂层组织具有明显的方向性。

由上述分析可知, 经激光重熔处理后, 涂层由



(a) 激光重熔前 (b) 激光重熔后

图 3 激光重熔前后涂层横截面 SEM 形貌图
Fig.3 Cross-section images of the coating before and after laser remelting



(a) 激光重熔前 (b) 激光重熔后

图 5 激光重熔前后涂层表面 SEM 形貌图
Fig.5 Surface images of the coating before and after laser remelting

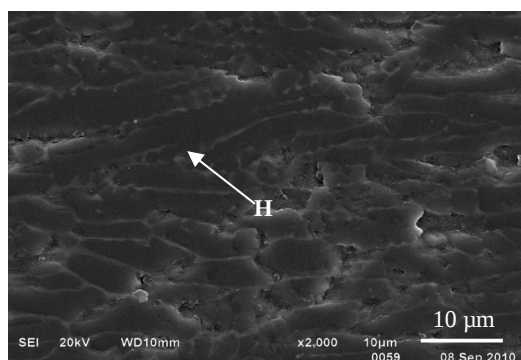


图 4 激光重熔处理后涂层横截面 SEM 放大形貌图
Fig.4 Enlarged cross-section images of the coating after laser remelting

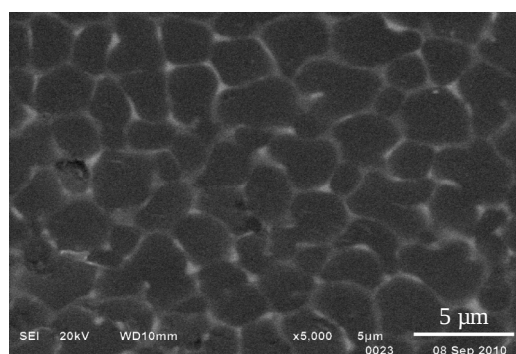


图 6 激光重熔处理后涂层表面 SEM 放大形貌图
Fig.6 Enlarged surface images of the coating after laser remelting

平行排列的柱状晶和柱状枝晶组成, 晶体垂直于基体生长。由于金属基体温度低, 散热快, 激光重熔处理时, 陶瓷涂层上下温差大, 诱发了陶瓷晶粒的定向生长, 形成了平行生长的柱状晶; 在柱状晶一次晶轴成长变粗的同时, 其释放结晶潜热, 使轴侧的液体呈现负温度梯度, 柱状晶的横断面出现凸缘结构, 最终发展成锯齿结构的二次晶轴, 由于 Al_2O_3 -13 % TiO_2 材料的凝固温度范围窄, 在柱状晶上长出的二次枝晶臂短而密; 这种结构和金属凝固过程中形成胞状晶和胞状树枝晶类似^[5,6]。这种结构对提高涂层的耐磨性是十分有利的。

2.2 激光重熔涂层表面微区成分分析

对激光重熔 Al_2O_3 -13 % TiO_2 涂层表面的特殊

形貌黑色晶粒和白色晶界部分进行点状能谱分析, 结果如图 7 所示。从图中元素组成及含量可以看出, 白色晶界处和黑色晶粒中元素组成相同, 均含有 O、Al、Zr、Ti 这四种元素, 含有 Au 元素是因为试样进行了喷金处理。但是晶界处 Zr、Ti 元素含量明显高于晶粒内部。这是由于液态 Al_2O_3 -13 % TiO_2 在凝固过程中, 发生了晶界偏析, 在晶粒长大过程中, 不断的向液相排出溶质原子即 Zr、Ti 原子; 所以晶粒之间的溶质原子浓度比较高, 溶质富集, 最后 Zr、Ti 元素富集于晶界处, 形成图 7 所示的白色晶界。Zr、Ti 元素在晶界处的富集填充了晶界间的细微间隙, 提高了涂层的致密性, 起到了晶界增韧的作用。

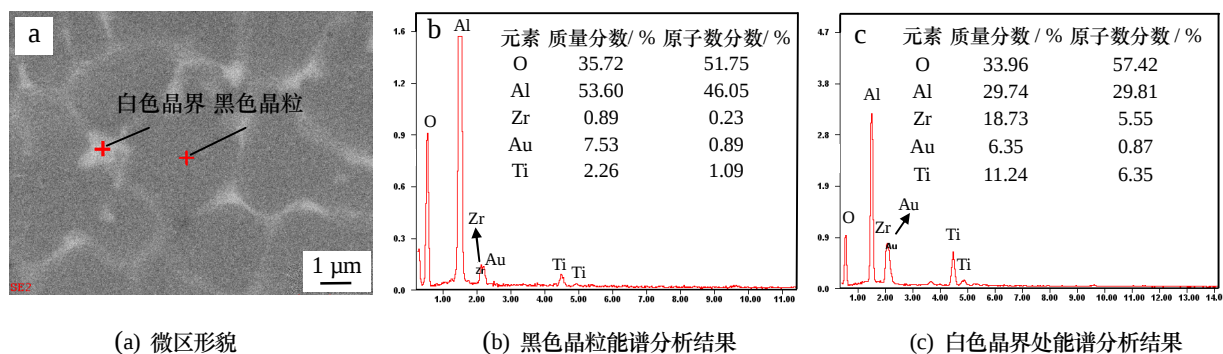


图 7 涂层表面能谱分析

Fig.7 Energy spectrum analysis on the surface of the coating

3 结 论

(1) 激光重熔处理, 消除了涂层中的孔隙, 提高了涂层的致密性, 涂层由块状结构转变为平行排列, 垂直于基体生长的柱状晶和柱状枝晶结构, 这对提高涂层的耐磨性是有利的。

(2) 金属基体温度低, 散热快, 有强烈的吸热和散热作用, 使液态陶瓷沿垂直于基体方向温差大, 诱发了陶瓷晶粒定向生长, 是使陶瓷垂直于基体生长的主要原因。

参考文献:

- [1] Yang Yuanzheng, Zhu Youlan, Liu Zhengyi, et al. Laser remelting of plasma sprayed Al_2O_3 ceramic coatings and subsequent wear resistance [J]. Materials Science and Engineering, 2000, 291: 168-172.
- [2] Fu Yongqing, Batchelor Andrew William, Huting Xing. Wear behaviour of laser-treated plasma-sprayed ZrO_2

coatings [J], Wear, 1997, 210: 157-164.

- [3] Tomaszek R, Pawlowski L, Zdanowski J, et al. Microstructural transformations of TiO_2 , Al_2O_3 + 13 % TiO_2 and Al_2O_3 + 40 % TiO_2 at plasma spraying and laser engraving [J]. Surface & Coatings Technology, 2004, 185: 137-149.
- [4] Buta Singh Sidhu, Puri D, S Prakash. Mechanical and metallurgical properties of plasma sprayed and laser remelted Ni20Cr and Stellite-6 coatings [J]. Journal of Materials Processing Technology, 2005, 159: 347-355.
- [5] 刘宗昌, 金属学与热处理在 [M]. 北京: 化学工业出版社, 2008, 67-68.
- [6] 胡汉起, 金属凝固原理 [M]. 北京: 机械工业出版社, 2000, 129-130.

作者地址: 北京市海淀区学院南路 76 号 110004
钢铁研究总院七室

Tel: (010) 6218 2731

E-mail: gongzhiqiang99@163.com