



中华人民共和国国家标准

GB/T 39530—2020

热喷涂 纳米氧化锆粉末及涂层制备 工艺技术条件

Thermal spraying—Nanostructured zirconia powder and coating preparation

2020-12-14 发布

2021-11-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	I
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 技术要求	2
3.1 纳米氧化锆粉末	2
3.2 纳米氧化锆粉末喷涂工艺	3
3.3 纳米氧化锆粉末喷涂涂层要求	3
4 检验方法	4
4.1 热喷涂纳米氧化锆团聚粉末	4
4.2 纳米氧化锆粉末喷涂涂层	5
5 标志、包装、运输及贮存	6
5.1 标志	6
5.2 包装	6
5.3 运输	6
5.4 贮存	6



前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国机械工业联合会提出。

本标准由全国金属与非金属覆盖层标准化技术委员会(SAC/TC 57)归口。

本标准起草单位:武汉材料保护研究所有限公司、航天材料及工艺研究所、上海英佛曼纳米科技股份有限公司、北京金轮坤天特种机械有限公司、北京矿冶科技集团有限公司、江苏中矿大正表面工程技术有限公司。

本标准主要起草人:伍建华、吴朝军、何箐、李刚、于月光、陈同舟、倪立勇、邹晗、田庆芬、沈婕、易娟、康壮苏、方二宝。



热喷涂 纳米氧化锆粉末及涂层制备 工艺技术条件

1 范围

本标准规定了用于生产热喷涂涂层的纳米氧化锆团聚粉末的化学性质和物理性质,以及涂层物理性质和涂层制备工艺技术条件。

本标准适用于热喷涂用纳米氧化锆团聚粉末的生产、验收及热喷涂纳米氧化锆团聚粉末制备的涂层的验收。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 1479.1 金属粉末 松装密度的测定 第1部分:漏斗法

GB/T 1479.2 金属粉末 松装密度的测定 第2部分:斯柯特容量计法

GB/T 1479.3 金属粉末 松装密度的测定 第3部分:振动漏斗法

GB/T 1482 金属粉末 流动性的测定 标准漏斗法(霍尔流速计)

GB/T 3634.2 氢气 第2部分:纯氢、高纯氢和超纯氢

GB/T 4842 氩

GB/T 4844 纯氮、高纯氮和超纯氮

GB/T 8642 热喷涂 抗拉结合强度的测定

GB/T 8979 纯氮、高纯氮和超纯氮

GB/T 11373 热喷涂 金属零部件表面的预处理

GB/T 11374 热喷涂涂层厚度的无损测量方法

GB/T 19356 热喷涂 粉末 成分和供货技术条件

GB/T 23413 纳米材料晶粒尺寸及微观应变的测定 X射线衍射线宽化法

GB/T 31568 热喷涂热障 ZrO_2 涂层晶粒尺寸的测定 谢乐公式法

GB/T 37421 热喷涂 热喷涂涂层的表征和试验

ISO 13123 金属及其他无机覆盖层 温度梯度下热障涂层热循环试验方法(Metallic and other inorganic coatings—Test method of cyclic heating for thermal-barrier coatings under temperature gradient)

ISO 13826 金属及其他无机覆盖层 热喷涂陶瓷涂层热扩散性测量 激光闪射法(Metallic and other inorganic coatings—Determination of thermal diffusivity of thermally sprayed ceramic coatings by laser flash method)

ISO 14188 金属及其他无机覆盖层 热障涂层热循环与热冲击性能测试方法(Metallic and other inorganic coatings—Test methods for measuring thermal cycle resistance and thermal shock resistance for thermal barrier coatings)

ISO 18332 金属及其他无机覆盖层 孔隙率的测定(Metallic and other inorganic coatings—Definitions and conventions concerning porosity)

ISO 18555 金属及其他无机覆盖层 热障涂层(TBC)热导率测定(Metallic and other inorganic coatings—Determination of thermal conductivity of thermal barrier coatings)

ISO 19477 金属及其他无机覆盖层 用束流偏转测量热障涂层杨氏模量(Metallic and other inorganic coatings—Measurement of Young’s modulus of thermal barrier coatings by beam bending)

ISO/TR 26946 热喷涂涂层孔隙率的测定(Standard method for porosity measurement of thermally sprayed coatings)

3 技术要求

3.1 纳米氧化锆粉末

3.1.1 材料选择

热喷涂纳米氧化锆粉末选择共沉淀法、水热法等工艺制得的纳米氧化锆粉末为原料,晶粒尺寸 ≤ 100 nm,材料成分如表 1 所示。

表 1 纳米氧化锆粉末成分

序号	ZrO ₂ +HfO ₂	Y ₂ O ₃	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	Mg ₂ O	CaO	TiO ₂	Cl ⁻
	质量分数/%									
1	94.6±0.4	5.2±0.4	≤0.02	≤0.05	≤0.02	≤0.02	≤0.02	≤0.02	≤0.02	≤0.03
2	92.0±1.0	8.0±1.0	≤0.02	≤0.05	≤0.02	≤0.02	≤0.02	≤0.02	≤0.02	≤0.03
3	86.4±0.4	13.3±0.4	≤0.02	≤0.05	≤0.02	≤0.02	≤0.02	≤0.02	≤0.02	≤0.03

纳米氧化锆粉末成分也可按照用户要求确定。

3.1.2 制备工艺

热喷涂纳米氧化锆团聚粉未经喷雾干燥团聚、热处理及致密化处理得到。通常采用加热炉进行热处理及致密化,处理温度 900 °C~1 400 °C,保温时间 0.5 h~24 h,也可根据用户要求采用等离子或电弧球化致密化处理。

3.1.3 热喷涂纳米氧化锆团聚粉末粒度

热喷涂纳米氧化锆团聚粉末的典型粒度范围应适用于等离子喷涂工艺。

热喷涂纳米氧化锆团聚粉末典型粒度范围为:

—— <30 μm;

—— 15 μm~ 45 μm;

—— 15 μm~ 90 μm;

—— 45 μm~ 90 μm。

或按照用户要求确定粒度范围及粒度分布。



3.1.4 热喷涂纳米氧化锆团聚粉末松装密度

热喷涂纳米氧化锆团聚粉末松装密度: 1.5 g/cm³≤ ρ ≤ 2.3 g/cm³。

热喷涂纳米氧化锆团聚粉末松装密度也可由相关各方协商确定。

3.1.5 热喷涂纳米氧化锆团聚粉末流动性

热喷涂纳米氧化锆团聚粉末形貌应呈球形或近似球形,经热处理及致密化处理的 $15\ \mu\text{m}\sim 90\ \mu\text{m}$ 、 $45\ \mu\text{m}\sim 90\ \mu\text{m}$ 热喷涂纳米氧化锆团聚粉末流动性小于或等于 $80\ \text{s}/50\ \text{g}$, $15\ \mu\text{m}\sim 45\ \mu\text{m}$ 热喷涂纳米氧化锆团聚粉末流动性小于或等于 $100\ \text{s}/50\ \text{g}$ 。

经等离子或电弧球化处理的 $15\ \mu\text{m}\sim 90\ \mu\text{m}$ 、 $45\ \mu\text{m}\sim 90\ \mu\text{m}$ 热喷涂纳米氧化锆团聚粉末流动性小于或等于 $50\ \text{s}/50\ \text{g}$, $15\ \mu\text{m}\sim 45\ \mu\text{m}$ 热喷涂纳米氧化锆团聚粉末流动性小于或等于 $80\ \text{s}/50\ \text{g}$ 。

热喷涂纳米氧化锆团聚粉末流动性也可由相关各方协商确定。

3.2 纳米氧化锆粉末喷涂工艺

3.2.1 表面预处理

待喷涂零件应按照 GB/T 11373 进行表面预处理,预处理结束至喷涂开始的时间间隔小于或等于 4 h。

3.2.2 粉末烘干

喷涂前,喷涂粉末应在 $100\ \text{℃}\sim 120\ \text{℃}$ 的温度范围内烘干时间大于 1 h。粉末堆集厚度小于或等于 30 mm。

3.2.3 喷涂工艺

纳米氧化锆粉末应采用等离子喷涂工艺喷涂,包括大气等离子喷涂、真空等离子喷涂等。

3.2.4 喷涂用气体

等离子喷涂用的氮气应符合 GB/T 8979 的要求,纯度大于 99.99%。氩气应符合 GB/T 4842 的要求,纯度大于 99.99%。氢气应符合 GB/T 3634.2 的要求,纯度大于 99.99%,氦气应符合 GB/T 4844 的要求,纯度大于 99.99%。

3.2.5 预热

喷涂前应对基体表面进行金属基体的预热处理,可采用喷涂枪预热,也可采用其他方式,预热温度应根据基体材质确定。

3.2.6 喷涂结合涂层

待喷涂零件预热后立即送粉喷涂结合涂层,可采用高速火焰喷涂、真空等离子喷涂及大气等离子喷涂等工艺喷涂结合涂层。

结合涂层材料应符合相关技术标准要求。

结合涂层厚度应符合设计图纸的要求。

3.2.7 喷涂纳米氧化锆涂层

喷涂结合涂层后应在 2 h 内喷涂纳米氧化锆涂层,喷涂应连续进行。涂层厚度应符合设计要求。

3.3 纳米氧化锆粉末喷涂涂层要求

3.3.1 外观

按设计图规定的喷涂部位,应全部覆盖涂层,非喷涂部位应遮蔽保护。

涂层应完整,表面均匀连续,目测无可见的裂纹、剥落、鼓包和边缘翘起等缺陷。

3.3.2 厚度

涂层厚度应符合设计图和有关技术文件的要求。涂层总厚度(结合涂层+面层)一般为 0.35 mm~0.50 mm 或符合设计图纸的要求。

3.3.3 结合强度

纳米氧化锆粉末喷涂涂层与结合涂层的结合强度应大于或等于 30 MPa 或符合设计图纸的要求。

3.3.4 热震性能

纳米氧化锆粉末喷涂涂层按标准进行热震试验考核。

可由相关各方协商确定热震条件、热震试验温度及热震次数。

3.3.5 显微组织

3.3.5.1 一般要求

纳米氧化锆粉末喷涂涂层组织结构应均匀,无分层和涂层与基体界面分离等现象。

3.3.5.2 界面状态

用金相法测定时,金属基体与结合涂层及结合涂层与纳米氧化锆粉末喷涂涂层之间界面孔洞小于或等于 10%,界面污染物(含氧化物/砂粒)小于或等于 30%。

3.3.5.3 孔隙率

纳米氧化锆粉末喷涂涂层孔隙率及孔隙直径应满足设计要求。



3.3.6 其他要求

纳米氧化锆粉末喷涂涂层其他要求如涂层的未熔粒子、热扩散性、热导率、杨氏模量等可由相关各方协商确定。

4 检验方法

4.1 热喷涂纳米氧化锆团聚粉末

4.1.1 化学成分

可采用各种适当的方法测定热喷涂纳米氧化锆团聚粉末的化学成分,例如:ICP-OES 耦合法(电感耦合等离子体发射光谱测定)、湿化学法等。

4.1.2 粉末粒度范围

热喷涂纳米氧化锆团聚粉末的粒度分布(PSD)的测定可通过筛分法、气流筛分法、激光散射法及其他方法测定。

用筛分法(适用粉末粒度范围为 125 μm ~38 μm)时,颗粒大于规定上限尺寸及小于规定下限尺寸的粉末重量最大均为 10%。

用气流筛分法(适用粉末粒度范围为 45 μm ~5 μm)时,颗粒大于规定上限尺寸的粉末重量最大为 5%,颗粒小于规定下限尺寸的粉末重量最大为 10%。

用激光散射法(适用粉末粒度范围为 63 μm ~5 μm)时,颗粒大于规定上限尺寸的粉末重量最大为

25%，颗粒小于规定下限尺寸的粉末重量最大为 5%。

4.1.3 松装密度

热喷涂纳米氧化锆团聚粉末的松装密度应按 GB/T 1479.1 或 GB/T 1479.2 或 GB/T 1479.3 的规定进行测定。

4.1.4 粉末流动性

热喷涂纳米氧化锆团聚粉末流动性应按 GB/T 1482 的规定进行测定。

4.1.5 粉末形貌

热喷涂纳米氧化锆团聚粉末形貌应按 GB/T 19356 的规定，用扫描电子显微镜和体视显微镜观察。

4.1.6 晶粒尺寸

热处理或球化处理前纳米氧化锆晶粒尺寸可用扫描电子显微镜等测定，也可按 GB/T 23413 的规定，用 X 射线衍射线宽化法测定。

经热处理或球化处理的热喷涂纳米氧化锆团聚粉末晶粒尺寸应按 GB/T 23413 的规定进行测定。

4.2 纳米氧化锆粉末喷涂涂层

4.2.1 外观

在自然光或无反射光线下目视检查涂层外观，光的照度不应低于 300 lx(相当于零件放在 40 W 日光灯下 0.5 m 处光照度)。必要时，可用 5~10 倍放大镜检查。

4.2.2 涂层厚度



4.2.2.1 总则

涂层厚度可在零件上测量或在随炉件上测量，具体测量方法根据零件在工艺规程中明确规定，或由相关各方协商确定。

4.2.2.2 通用量具或金相法测量

涂层厚度采用通用量具如千分尺(测量精度应不小于 0.02 mm)或采用金相法进行测量。

4.2.2.3 测厚仪测量

基体为磁性金属材料时，可按照 GB/T 11374 的规定用磁性测厚仪测量非磁性材料结合涂层及纳米氧化锆粉末喷涂涂层厚度。

金属基体上的纳米氧化锆粉末喷涂涂层也可用涡流测厚仪测量。

4.2.3 涂层孔隙率

纳米氧化锆粉末喷涂涂层孔隙率按照 ISO 18332 或 ISO/TR 26946 的规定进行测定。

4.2.4 涂层的结合强度

纳米氧化锆粉末喷涂涂层的结合强度按照 GB/T 8642 的规定进行测定，孔隙率高于 5% 的涂层应采用固体薄膜胶，拉伸加载速率小于或等于 1 mm/min。

4.2.5 显微组织

用 500 倍金相显微镜检查涂层裂纹,用 500 倍金相显微镜检查涂层裂纹和未熔粒子,用 200 倍检查涂层与基体的界面污染、界面孔洞。

4.2.6 涂层的热震性能

纳米氧化锆粉末喷涂涂层的热震性能使用高温炉加热,水冷或空气冷却时,按照 ISO 14188 的规定进行测定;采用燃气加热法时,按照 ISO 13123 的规定进行测定。

4.2.7 涂层晶粒尺寸

纳米氧化锆粉末喷涂涂层的晶粒尺寸可按照 GB/T 31568 的规定进行测定。

4.2.8 涂层的热扩散性

纳米氧化锆粉末喷涂涂层的热扩散性按照 ISO 13826 的规定进行测定。

4.2.9 涂层的热导率

纳米氧化锆粉末喷涂涂层的热导率按照 ISO 18555 的规定进行测定。

4.2.10 涂层的杨氏模量

纳米氧化锆粉末喷涂涂层的杨氏模量按照 ISO 19477 的规定进行测定。

4.2.11 其他

纳米氧化锆粉末喷涂涂层的其他特征可按照 GB/T 37421 的规定检测。

注: 4.2.1~4.2.5 为必检项目,其他为协商检测项目。

5 标志、包装、运输及贮存

5.1 标志

产品包装上应明确标明产品名称、粉末成分、粒度范围、数量、粉末批次、生产日期、标准编号、厂名,并附产品合格证。

5.2 包装

粉末应装于防潮的密封容器中。特殊包装,由供需双方商定。

5.3 运输

在运输过程中应注意防雨、防潮。

5.4 贮存

粉末应贮存在通风、干燥、清洁的室内。