

# C/C 复合材料表面低红外发射率薄膜研究

王心怡<sup>1</sup>, 罗发<sup>1</sup>, 巩学慧<sup>1,\*</sup>, 张月瑞<sup>1</sup>, 张刘超<sup>1</sup>, 张瑞端<sup>2</sup>, 李鹏<sup>2</sup>

(1. 西北工业大学凝固技术国家重点实验室, 陕西 西安 710072;

2. 陕西华秦科技实业股份有限公司, 陕西 西安 710076)

**摘要:** 为降低 C/C 复合材料的红外发射率, 同时提升其在高于 400 °C 时的抗氧化性能, 在 C/C 复合材料表面制备抗氧化涂层以提高其高温使用寿命。首先采用涂刷法在 C/C 复合材料表面制备 SiC-玻璃复合抗氧化涂层, 并在抗氧化涂层表面通过磁控溅射制备低红外发射率 Ir 薄膜。然后, 系统探索并优化了抗氧化涂层和低红外发射率 Ir 薄膜的制备工艺, 并探究了高温氧化行为对涂层红外发射率的影响。结果表明: 固定溅射功率为 100 W、溅射气压为 1.2 Pa、靶基距为 65 mm、基底温度为 240 °C 时, 在 SiC-玻璃复合抗氧化涂层表面制备的低红外发射率 Ir 薄膜, 在 1 100 °C 下氧化 1 h 后, 在 3~5 μm 和 8~14 μm 的红外发射率仍能保持 0.1 以下。

**关键词:** C/C 复合材料; 红外隐身; 磁控溅射; 抗氧化涂层

**中图分类号:** TB332

**文献标志码:** A

**文章编号:** 2097-2741(2024)05-088-08

## Study of Low Infrared Emissivity Films on the Surface of C / C Composite

WANG Xinyi<sup>1</sup>, LUO Fa<sup>1</sup>, GONG Xuehui<sup>1,\*</sup>, ZHANG Yuerui<sup>1</sup>,  
ZHANG Liuchao<sup>1</sup>, ZHANG Ruiduan<sup>2</sup>, LI Peng<sup>2</sup>

(1. State Key Laboratory of Solidification Processing, Northwestern Polytechnical University,  
Xi'an 710072, Shaanxi;

2. Shaanxi Huaqin Technology Industry Ltd, Xi'an 710076, Shaanxi)

**ABSTRACT:** To enhance the oxidation resistance and reduce the infrared emissivity of C / C composites under environment above 400 °C, the oxidation resistance coating was applied to the surface of the composite, by which the life span of the composite under high temperature could be prolonged. Initially, the SiC-glass composite oxidant resistance coating was applied to the surface of C/C composites by the brushing technique. Subsequently, the low infrared emissivity Ir film was deposited onto the surface of the oxidant resistance coating by magnetron sputtering. Thereby, preparation processes of the oxidant resistance coating and the low infrared emissivity Ir film were systematically investigated and optimized. Additionally, the impact of high-temperature oxidation behavior on the infrared emissivity of the coating was explored. Results showed that the oxidant resistance coating of the thin film of Ir with low infrared emissivity is successfully created

**收稿日期:** 2024-05-22

**基金项目:** 国家科技重大专项 (J2019-VI-0015-0130)

**第一作者:** 王心怡 (2000—), 女, 硕士研究生, 主要从事吸波材料研究。E-mail: wangxinyi929@mail.nwpu.edu.cn

**\*通信作者:** 巩学慧 (1994—), 女, 硕士, 主要从事吸波材料、特种功能表面涂层研究。E-mail: g1292400121@163.com

**引用格式:** 王心怡, 罗发, 巩学慧, 等. C/C 复合材料表面低红外发射率薄膜研究[J]. 火箭军工程大学学报, 2024, 38 (5): 88-95.

on the surface of the SiC-glass composite at experimental settings of a fixed sputtering power of 100 W, a sputtering pressure of 1.2 Pa, a target-to-substrate distance of 65 mm and a substrate temperature of 240 °C. Results of the high-temperature oxidation test showed that when the oxidation temperature is 1 100 °C and the oxidation time is 1 h, the infrared emissivity of the sample at wavelengths of 3~5 μm and 8~14 μm are under 0.1.

**KEYWORDS:** C/C composite; infrared stealth; magnetron sputtering; oxidation resistance coating

随着红外探测技术的不断进步与革新, 高温部件的红外隐身效能日益成为科研领域的焦点。C/C 复合材料是由碳纤维及其织物增强的碳基体复合材料, 具有低密度、高强度、高比模量、高导热性、低膨胀系数等优点, 被认为是理想的超高温热结构材料<sup>[1]</sup>, 已广泛应用于航天飞行器的前段椎体、火箭发动机喷管及其喉衬、航空器刹车盘等领域<sup>[2]</sup>。然而, C/C 复合材料因其固有的高红外辐射特性, 迫切需要通过表面改性以大幅降低辐射率, 从而满足红外隐身的需求<sup>[3-4]</sup>。

在此背景下, 金属薄膜技术脱颖而出, 具有构造简易、发射率低及便于规模化生产等优势。传统上, 铝 (Al)、银 (Ag) 和金 (Au) 等金属薄膜被广泛应用, 但它们在超过 1 000 °C 的极端高温环境下, 性能衰减, 难以继续胜任。鉴于此, 铱 (Ir) 金属薄膜引起了特别的关注。Ir 具有极高的熔点、良好的化学稳定性和抗氧化能力, 加之极低的氧气透过率及低辐射率特性, 使其成为构建高温环境下红外隐身材料的理想候选。

同时, C/C 复合材料在高于 400 °C 的有氧环境中会迅速氧化, 导致材料遭受严重损坏, 这极大地限制了 C/C 复合材料作为高温结构材料的应用<sup>[5-6]</sup>。针对此问题, 研究表明涂层防护技术是在超高温背景下的唯一有效抗氧化策略<sup>[7]</sup>。迄今为止, 已研制的抗氧化涂层体系主要有金属涂层、陶瓷涂层、玻璃涂层、复合涂层等多种类型<sup>[8]</sup>。其中, 碳化硅 (SiC) 作为硅基陶瓷材料的代表, 因与 C/C 基体间卓越的相容性以及具有高温下能形成 SiO<sub>2</sub> 熔融层封填材料内部裂纹的能力, 成为研究最深入且技术成熟的涂层材料<sup>[9]</sup>。此外, 玻璃涂层的保护机制依赖于高温熔融状态下玻璃填充基体中的孔隙与裂纹等缺陷, 特别是硼硅酸盐玻璃 (主要成分为 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 与 SiO<sub>2</sub>), 其中: B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 在 550~1 000 °C 表现出良好的黏滞性与流动性, 但当温度高于 1 000 °C 时, B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 极易挥发或水解; 而 SiO<sub>2</sub> 在 1 200~1 700 °C 显示出优异的流动性, 可以

有效保护基体, 但在低于 1 200 °C 时黏度增加, 使流动性变差, 保护效果受限<sup>[10]</sup>。因此, B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 和 SiO<sub>2</sub> 协同作用使得硼硅酸盐玻璃涂层体系成为优化 C/C 复合材料抗氧化性能的理想选择, 可确保在宽泛温域内有效防护<sup>[11]</sup>。

本文针对 C/C 复合材料的高红外发射率及高温易氧化的问题, 研究了一种应用于 C/C 复合材料表面的低发射率红外隐身薄膜。选择 SiC 涂层作为基底防护层, 并通过玻璃涂层细化 SiC 表面, 为沉积低发射率 Ir 薄膜创造理想的基底条件。因此, 提出了 SiC-玻璃复合涂层体系, 并成功实现 Ir 薄膜沉积, 为 C/C 复合材料提供了兼具耐高温与低红外辐射率的综合隐身解决方案。

## 1 实验

### 1.1 材料

硅粉 (平均粒径为 200 目, 长沙天久金属材料有限公司); 炭黑 (平均粒径为 26~30 nm, 天津亿博瑞化工有限公司); D290 玻璃粉 (白色粉末, 广州歌林尔新材料有限公司); 聚乙烯醇 (PVA, 山西三维集团股份有限公司); 无水乙醇 (C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>O, 天津福晨化学试剂厂); 丙酮 (C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O, 天津福晨化学试剂厂); 去离子水 (H<sub>2</sub>O, 西安鑫源蒸馏水厂); 铱靶 (纯度 99.95 %, 尺寸 Φ69 mm×1 mm, 净重 64.5 g, 北京有色金属研究院); 基体 (块状 C/C 复合材料, 西北工业大学)。

### 1.2 实验过程

#### 1.2.1 基材预处理

将购置的 C/C 复合材料切割成 20 mm×20 mm×5 mm 的块体, 使用砂纸对其表面进行精细打磨, 反复用清水冲洗并吹干, 直至样品表面光亮且无大孔和不平整纤维露出。随后, 将样品依次置于超声波清洗仪中, 采用丙酮、乙醇及去离子水进行 30 min 的清洁, 旨在彻底清除样品表面附着的有机杂质与微尘颗粒。最后, 将样品放入

90 ℃ 恒温烘箱中干燥 12 h, 确保残余水分完全蒸发, 以便后续实验使用。

### 1.2.2 抗氧化涂层制备

SiC 涂层的制备工艺: 首先, 将质量分数为 5% 的 PVA 溶液与硅粉按照质量比为 3 : 1 混匀成浆料, 均匀涂抹在样品表面, 并用炭黑包裹样品后置于烘箱中在 90 ℃ 下干燥 12 h。随后, 将样品放入真空钨丝炉中进行热处理, 硅粉与炭黑发生反应生成 SiC, 自然冷却后形成涂层。

玻璃涂层的制备工艺: 将 D290 玻璃粉与无水乙醇按照质量比为 2 : 5 混合成悬浮液, 均匀涂在上述样品表面, 并将样品置于 90 ℃ 烘箱中干燥 6 h。随后, 将样品放入真空钨丝炉中进行热处理, 使玻璃粉熔融并冷却形成连续且均匀的玻璃涂层覆盖在样品表面。

### 1.2.3 低红外发射率薄膜制备

首先, 在载玻片上采用直流磁控溅射法探究 Ir 薄膜的制备工艺, 具体流程如下: 将载玻片依次用丙酮、乙醇和去离子水超声清洗各 10 min 并烘干; 随后, 将预处理的基片固定于样品台上, 并在真空室内实施分阶段抽真空, 当真空度达到  $8 \times 10^{-4}$  Pa 时, 通入氩气将气压调节在 1 Pa, 持续洗炉腔 10 min 后关闭氩气阀, 再将真空度重新抽至  $8 \times 10^{-4}$  Pa; 最后, 对靶材进行 5 min 的预溅射, 去除靶材表面污染物和氧化层。通过调整溅射功率、溅射气压等参数, 开始溅射镀膜过程并记录镀膜时间。完成上述薄膜制备工艺的系统探究后, 采用优化确定的镀膜参数, 在预先制备的 SiC-玻璃复合抗氧化涂层表面上, 通过磁控溅射技术实施薄膜沉积。

### 1.3 测试与表征

采用 X 射线衍射仪 (X' pert MPD Pro, 荷兰 PANalytical 公司) 分析涂层及薄膜的物相组成, 连续扫描速度为  $4^\circ/\text{min}$ ; 采用扫描电子显微镜 (Vega 3 SBH, 德国 TESCAN 公司) 分析样品的表面形貌及截面形貌; 采用双波段发射率测试仪 (IR-2, 中科院上海技术物理研究所) 测试样品的红外发射率。

## 2 结果与讨论

### 2.1 刷涂工艺及热处理温度对涂层形貌的影响

图 1 为不同热处理温度下, C/C 复合材料表面经涂覆硅浆料并包裹炭粉后所得涂层的表面形貌。

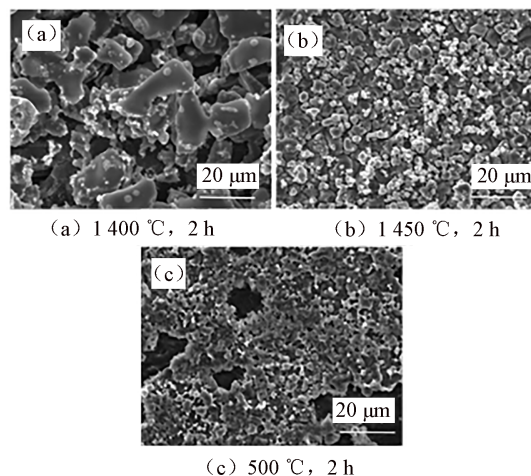


图 1 不同热处理温度下 SiC 涂层表面形貌

Fig. 1 Surface forms of the SiC coating at different heat treatment temperatures

可以看出, 不同热处理温度下制备涂层的覆盖度均较差, 表明仅在样品表面涂刷一次浆料后热处理的工艺难以得到完全覆盖的 SiC 涂层。这是由于硅的熔点为 1 410 ℃, 但其开始蒸发的温度却相对较低, 约为 1 343 ℃, 说明硅粉在尚未融化前便有部分硅因蒸发而损失, 导致了残留在样品表面的有效硅含量不足, 无法实现对基底的全面有效覆盖。

图 2 为在 1 450 ℃ 条件下保温 2 h 后, C/C 复合材料表面经不同次数重复涂刷浆料得到 SiC 涂层的背散射扫描图像。

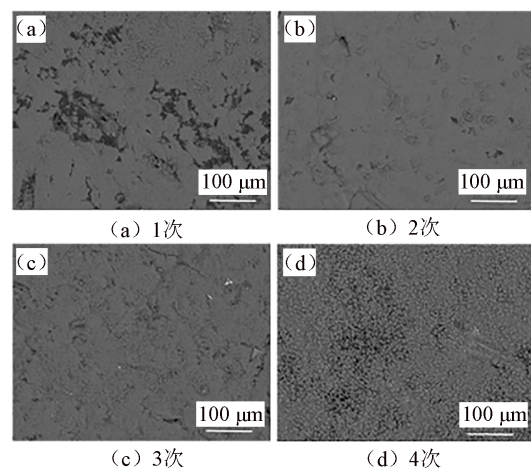


图 2 不同涂刷次数下 (1 450 ℃, 2 h) SiC 涂层表面形貌

Fig. 2 Surface forms of the SiC coating under different brushing times (1 450 ℃, 2 h)

从图 2 (a) 可以看出: 当进行 1 次涂刷过程后, 由于硅蒸发而余留下少量的涂层, 不能完全覆盖试样表面; 随着涂刷次数增加到 2 次及 3 次,

涂层的表面覆盖率逐渐增加, 其中, 涂刷3次的试样表面涂层覆盖率可达97% (图2 (c)), 而经过4次刷涂的试样表面覆盖率明显降低 (图2 (d))。这是由于随着涂刷次数增加及表面逐渐趋于完全覆盖, 后续添加的熔融硅材料难以渗透至前序涂层的微孔或裸露区域, 转而更多地与表层残留的碳粉发生反应, 使生成的碳化硅相主要富集于炭黑周边, 而非均匀分布。将样品完成热处理后, 大部分的碳化硅相随未反应完的炭黑一起脱落, 未能有效增强涂层的整体覆盖率, 故而对改善表面覆盖率的成效甚微。

## 2.2 热处理工艺对玻璃涂层微观结构的影响

图3为不同热处理温度下玻璃涂层的表面形貌, 保温时间均为2 h。

从图3 (a) 可以看出, 当热处理温度为850 °C时, 由于尚未达到玻璃涂层的最低成膜温度, 涂层几乎没有铺展, 呈现凝聚的珠状。当温度升到900 °C时, 涂层开始在试样表面铺展, 但是由于涂层较薄或者与基体润湿性较差而铺展不均匀, 从图3 (b) 中看到还存在部分裸露。当温度继续升高到950 °C和1 000 °C时, 涂层的铺展和覆盖情况没有得到改善, 涂层开始收缩成相互连接的片状, 如图3 (c) 和 (d) 所示。当热处理温度为1 200 °C时, 涂层实现全面而均匀的表面铺

展, 如图3 (e) 所示。在此温度下, 样品表面还发现了结晶相, 且存在较多的缩孔和裂纹。此类缺陷的形成可归因于玻璃涂层与基底材料之间的热膨胀系数不匹配, 在快速冷却过程中, 界面应力累积导致涂层表面裂纹的生成。

基于上述分析可知, 在900 °C和1 200 °C处理后的样品表面完整度相对较高。因此, 分别针对在900 °C时涂层铺展不均匀以及在1 200 °C下涂层完全铺展但仍存在缩孔和裂纹的问题, 提出以下3种优化涂层工艺的策略以进一步提升样品性能: A方案是在900 °C保温2 h的工艺流程基础上, 增加一次重复周期; B方案是在1 200 °C保温2 h的工艺流程基础上, 将保温时间缩短至1 h; C方案是在SiC涂层表面涂刷玻璃料浆先在1 200 °C下保温1 h, 然后重复两次900 °C保温1 h的制备工艺。不同工艺的涂层表面形貌如图4所示。

可以看出: A方案下, 增加1次重复周期后样品表面的涂层覆盖率有显著提升, 但存在明显的缩孔现象; 采用B方案制备的样品缩孔减少, 同时表面平整度提高, 但涂层仍存在较多裂纹; 采用C方案制备样品的表面光滑平整, 表面微裂纹较少, 是较为理想的涂层表面状态。

## 2.3 溅射工艺对Ir薄膜红外发射率的影响

图5为不同溅射功率下Ir薄膜的SEM图像。

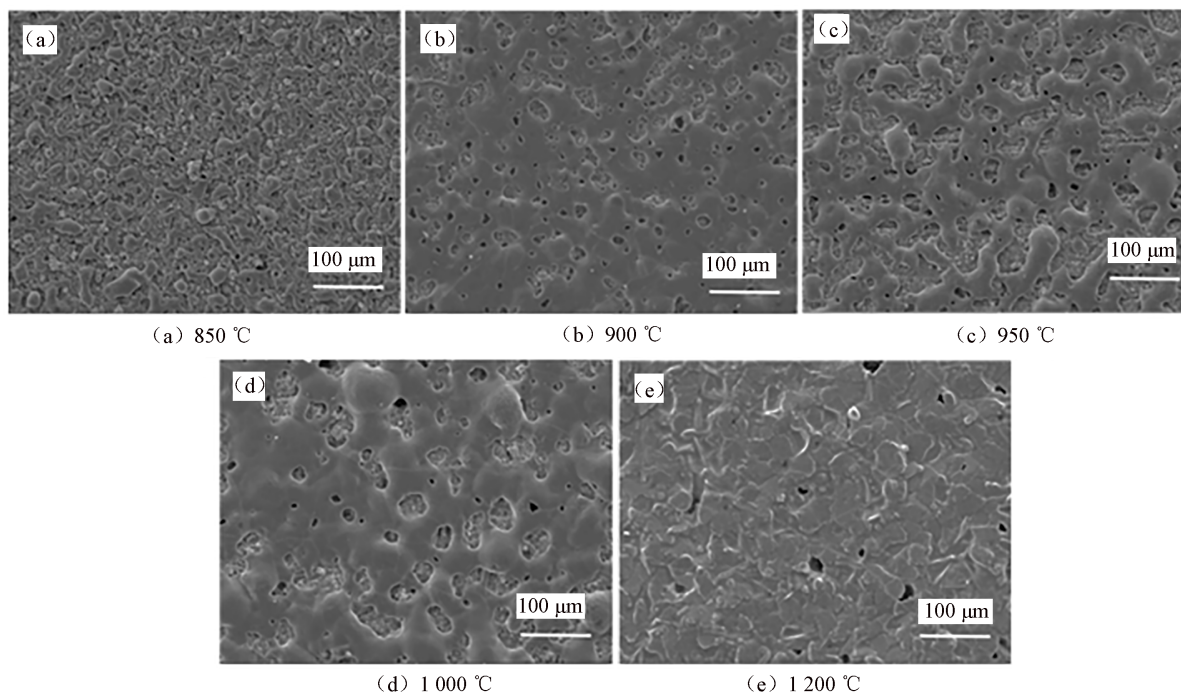


图3 不同热处理温度下玻璃涂层的表面形貌

Fig. 3 Surface forms of the glass coating at different heat treatment temperatures

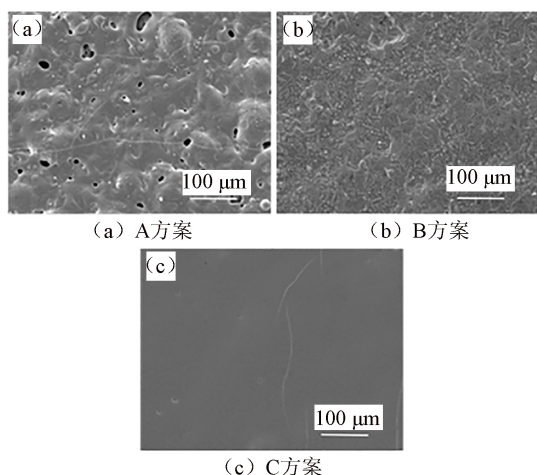


图 4 不同制备工艺玻璃涂层的表面形貌

Fig. 4 Surface forms of glass coatings with different preparation techniques

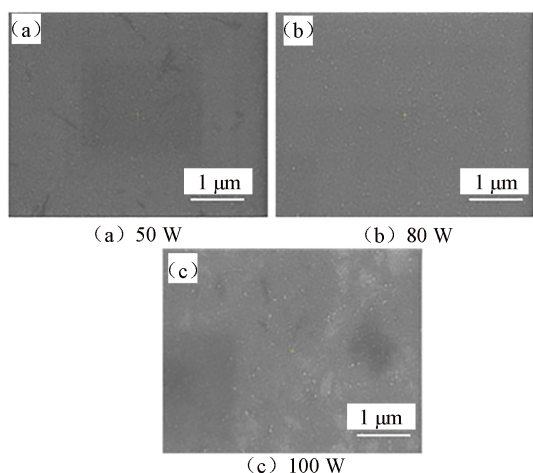


图 5 不同溅射功率下 Ir 薄膜的 SEM

Fig. 5 SEM of Ir films under different sputtering powers

由图 5 可以看出：当溅射功率分别为 50 W、80 W、100 W 时，得到的薄膜表面均展现出极高的平整性；随着溅射功率的增大，薄膜表面的颗粒尺寸逐渐增大。这一现象可归因于更高的溅射功率导致到达基底的粒子具有更大的动能，从而促进晶粒的生长过程。但是整体颗粒尺寸变化量不大，这是由于溅射功率对沉积 Ir 薄膜的影响较小，在实验设定范围内功率的改变不足以使表面颗粒产生过多变化。

图 6 为不同溅射功率下 Ir 薄膜的 XRD 图谱。可以看出：不同功率下制备的薄膜均明显具有 (111)、(200)、(220)、(311) 衍射峰，属于金属 Ir 的标准衍射峰，其中，80 W 功率下制备的 Ir 薄膜衍射峰强度最高；此外，随着溅射功率的提高，衍射峰逐渐变得更加尖锐，直接反映了薄膜结晶

度的增加。

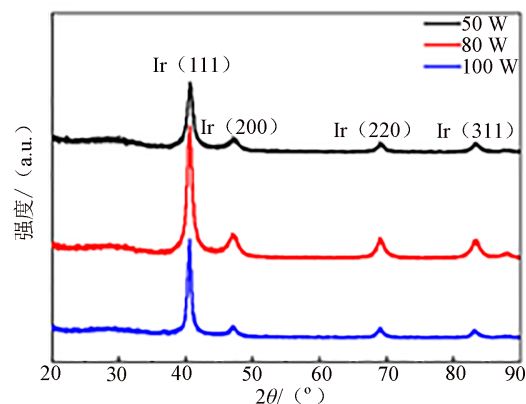


图 6 不同溅射功率下 Ir 薄膜的 XRD

Fig. 6 XRD of Ir films under different sputtering powers

图 7 为不同溅射功率下 Ir 薄膜在 3~5 μm 和 8~14 μm 波段的红外发射率。可以看出，薄膜的红外发射率在溅射功率增强的过程中保持相对稳定，说明溅射功率的变化对 Ir 薄膜的红外发射率影响较小。

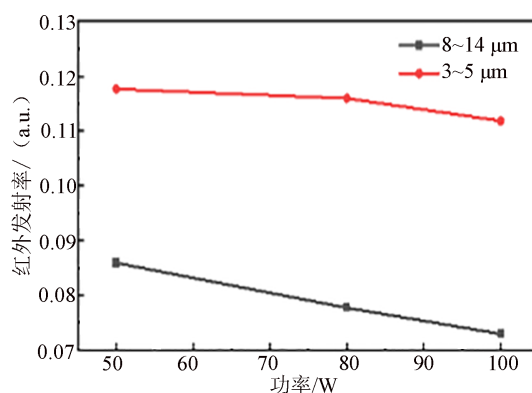


图 7 不同溅射功率下 Ir 薄膜的红外发射率

Fig. 7 Infrared emissivities of Ir films under different sputtering powers

图 8 为不同溅射气压及靶基距下 Ir 薄膜的 SEM 图像。可以看出：当溅射气压为 0.6 Pa 时，薄膜表面形态为褶皱状，缺乏连续性；当溅射气压为 1.2 Pa 时，薄膜表面连续且平整，颗粒细小，这归因于粒子具有足够的能量，能够在基片上均匀扩散；当溅射气压为 2.0 Pa 时，薄膜出现片层分离，颗粒边界清晰；改变靶基距为 100 mm 后，薄膜形貌与溅射条件为 2.0 Pa，65 mm 的形貌结果相似，表明当溅射气压仍采用 2.0 Pa 时，薄膜沉积速率较大，溅射粒子没有足够的时间在基片上扩散排布，而形成松散的结构。

图 9 为不同溅射气压和不同靶基距下 Ir 薄膜的

XRD 图谱。

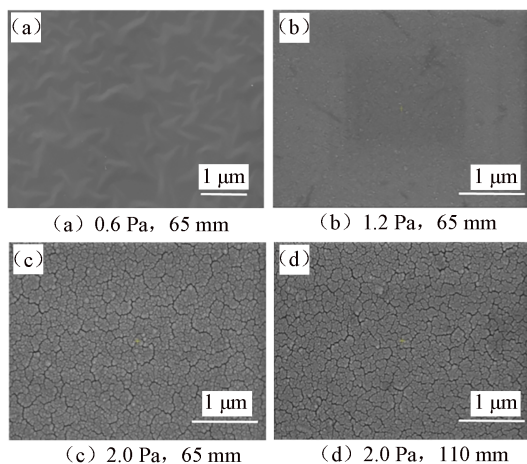


图 8 不同溅射气压及靶基距下 Ir 薄膜的 SEM

Fig. 8 SEM of Ir films under different sputtering pressures and target-to-substrate distance

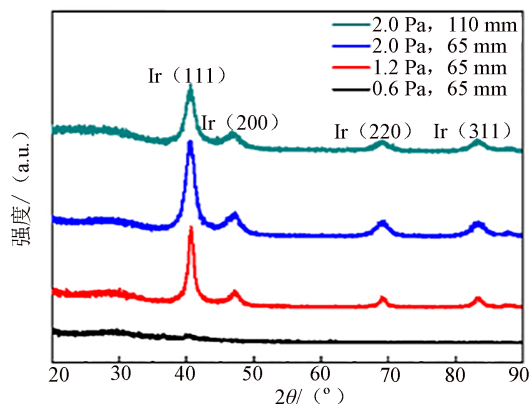


图 9 不同溅射气压及靶基距下 Ir 薄膜的 XRD

Fig. 9 XRD of Ir films under different sputtering pressures and target-to-substrate distance

由图 9 可以看出: 当溅射气压为 0.6 Pa 时, 薄膜呈现出非晶态; 当溅射气压为 1.2 Pa 和 2.0 Pa 时, 薄膜均展现出面心立方结构 Ir 的典型衍射峰, 且随溅射气压增加, 衍射峰强度增强但峰宽变宽, 反映了薄膜结晶度的降低; 在增加靶基距后, 薄膜结晶度亦有所下降, 原因是粒子到达基片的平均自由程缩短, 动能不足, 导致晶粒生长受限, 薄膜致密度下降。

图 10 为不同溅射气压下 Ir 薄膜在 3~5  $\mu\text{m}$  和 8~14  $\mu\text{m}$  波段的红外发射率。结果显示, 随着溅射气压的增大, 薄膜的红外发射率随之增加, 尤其在 1.2 Pa 之后增幅显著。这种趋势源于溅射气压增加导致薄膜的结晶度下降、晶粒减小, 进而增加了晶界及缺陷, 增强了晶体缺陷对红外光的吸收, 根据基尔霍夫定律, 这必然导致薄膜红外

发射率的增强。

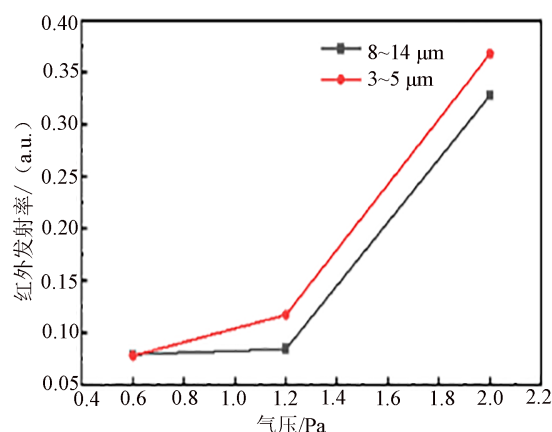


图 10 不同溅射气压及靶基距下 Ir 薄膜的红外发射率

Fig. 10 Infrared emissivities of Ir films under different sputtering pressures and target-to-substrate distance

## 2.4 高温氧化对 Ir 薄膜红外发射率的影响

通过研究溅射功率、溅射气压对 Ir 薄膜的影响, 最终确定 Ir 薄膜的最佳制备工艺为: 溅射功率为 100 W、溅射气压为 1.2 Pa、真空度为  $8.0 \times 10^{-4}$  Pa、靶基距为 65 mm、基底温度为 240  $^{\circ}\text{C}$ 、溅射时间为 5 min。根据以上 Ir 薄膜的最佳制备工艺, 在 SiC-玻璃复合涂层的样品表面进行 Ir 薄膜的制备。将样品置于马弗炉中进行高温氧化性能测试, 测试条件分别为 900  $^{\circ}\text{C}$  氧化 2 h、1 000  $^{\circ}\text{C}$  氧化 1 h、1 000  $^{\circ}\text{C}$  氧化 2 h、1 100  $^{\circ}\text{C}$  氧化 1 h 以及 1 200  $^{\circ}\text{C}$  氧化 1 h。

图 11 为不同热处理工艺下 Ir 薄膜的表面形貌对比。从图 11 (a) 中可以看出, 沉积后玻璃涂层表面成功形成了均匀连续的薄膜, 与预期实验设计相符。当样品在 900  $^{\circ}\text{C}$  氧化 2 h 后, 薄膜表面形态发生显著变化, 由原本平整转而呈现出由互连岛状构成的非连续结构, 如图 11 (b) 所示。样品在 1 000  $^{\circ}\text{C}$  下氧化 1 h 后, 薄膜表面形态如图 11 (c) 所示, 其与 900  $^{\circ}\text{C}$  氧化 2 h 的结果相似, 但裂隙尺寸有所扩大, 这一转变归因于更高温度的热处理促进了 Ir 元素的扩散, 导致岛状边缘由尖锐逐渐变为平滑。进一步延长 1 000  $^{\circ}\text{C}$  下的氧化时间至 2 h 后, 薄膜未发生脱落, 但有起泡和起皮迹象, 如图 11 (d) 所示。样品在 1 100  $^{\circ}\text{C}$  下氧化 1 h 后, 薄膜出现明显缺损, 暴露出下层的玻璃涂层, 如图 11 (e) 所示, 这是由于 Ir 自 600  $^{\circ}\text{C}$  起与氧气反应生成  $\text{IrO}_2$ , 且在 1 100  $^{\circ}\text{C}$  条件下  $\text{IrO}_2$  进一步氧化为  $\text{IrO}_3$  所致。在更高温条件下, 1 200  $^{\circ}\text{C}$  保温 1 h 后, Ir 薄膜近乎完全挥发消失, 同时对玻璃涂层

造成了显著的损伤,如图 11 (f) 所示。

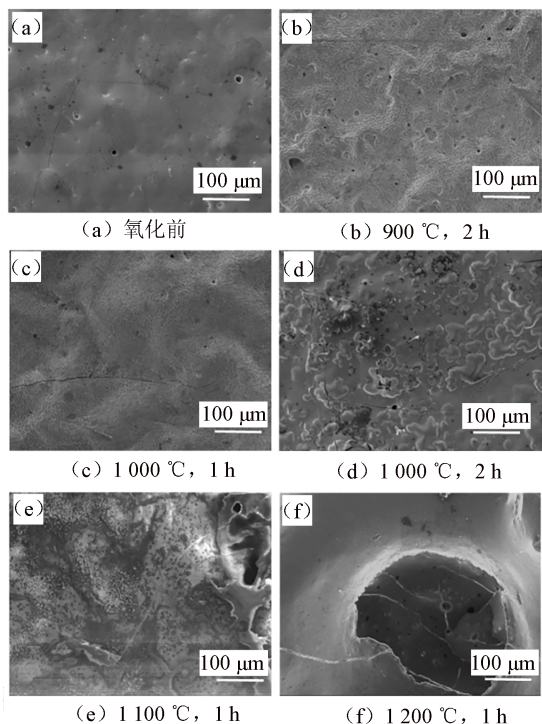


图 11 不同热处理工艺下 Ir 薄膜的表面形貌对比图  
Fig. 11 Comparison of surface forms of Ir films with different heat treatment techniques

图 12 (a) 为不同热处理工艺下 Ir 薄膜的 XRD 图谱。分析可知,样品中主要物相为 Ir、 $\text{IrO}_2$  及玻璃涂层中的  $\text{Ga}(\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_8)$ 。在初始状态下, Ir 的衍射峰 (111)、(200)、(220)、(311)、(222) 及玻璃涂层中  $\text{Ga}(\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_8)$  的 (110) 衍射峰清晰可辨。当样品在 900 °C 下氧化 2 h 后,  $\text{IrO}_2$  的衍射峰初现,但衍射峰强度较弱,表明生成的  $\text{IrO}_2$  量较少。当样品在 1000 °C 下氧化 1 h 后,  $\text{IrO}_2$  的衍射峰显著增强,尤其是属于四方晶系金红石型  $\text{IrO}_2$  的 (110)、(101)、(211) 晶面,表明氧化程度加深。在 1000 °C 下延长氧化时间至 2 h, Ir 和  $\text{IrO}_2$  的衍射峰都明显减弱。结合 SEM 图像分析,这可能是由于长时间氧化导致两种物质的大量消耗。氧化温度升高到 1100 °C 时,  $\text{IrO}_2$  的特征峰消失,这表明在氧化过程中  $\text{IrO}_2$  进一步氧化为挥发性的  $\text{IrO}_3$ 。当氧化温度升高到 1200 °C 时, Ir 和  $\text{IrO}_2$  的衍射峰均消失,仅剩玻璃涂层的衍射信号,表明 Ir 薄膜在该温度下几乎完全损失。

在不同热处理工艺下薄膜的失重率变化如图 12 (b) 所示。数据显示,氧化温度从 900 °C 升高到 1200 °C 时,薄膜的质量损失率从 0.02% 增加至 0.11%。在 1000 °C 以下的氧化环境下,涂层与薄

膜的结构相对稳定,导致质量损失微乎其微。一旦氧化温度达到或超过 1000 °C,伴随氧化时间的延长或温度的进一步增加,薄膜发生氧化并逐渐挥发,同时涂层本身也开始损失,共同导致了质量的大幅降低。

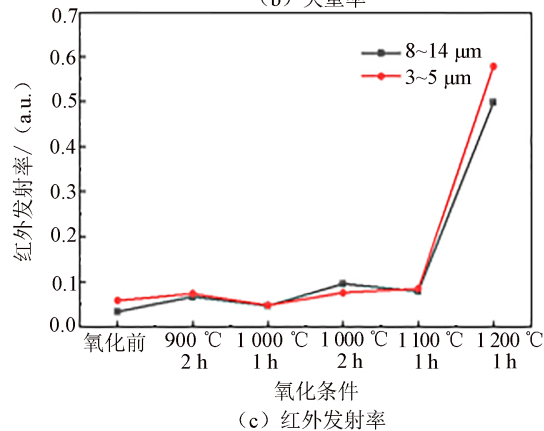
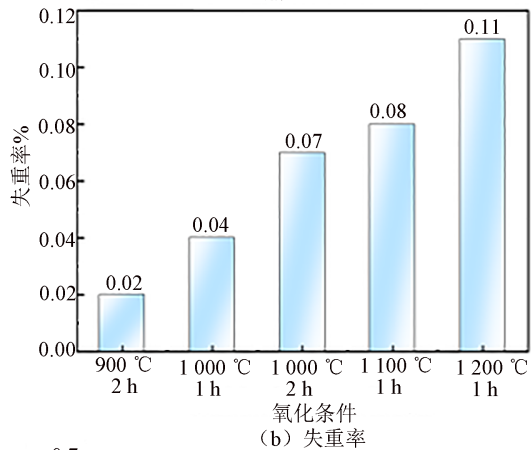
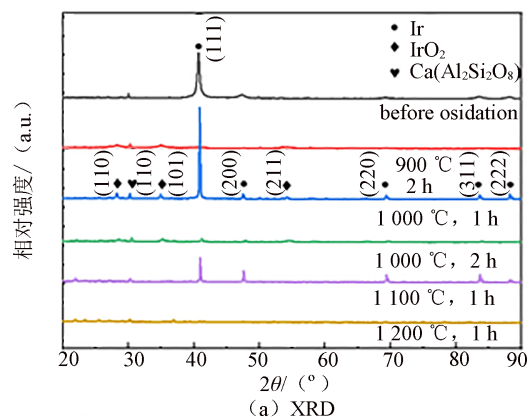


图 12 不同热处理条件下 Ir 薄膜的结构及性能变化  
Fig. 12 Changes of structures and properties of Ir films under different heat treatment processes

图 12 (c) 为不同热处理工艺下 Ir 薄膜分别在 3~5  $\mu\text{m}$  和 8~14  $\mu\text{m}$  波段的红外发射率。可以看出,未经热处理的薄膜具有极低的红外发射率;氧化温度逐渐升至 1100 °C 的过程中,其红外发射

率变化较小, 仍维持在 0.1 以下, 表明样品在高温条件下仍具有较好的红外隐身性能。这是由于尽管 Ir 薄膜在高温有氧条件下已转化成  $\text{IrO}_2$ , 但  $\text{IrO}_2$  仍保持着较高的电导率, 同时展现出较低的红外发射率<sup>[12-13]</sup>。当氧化温度上升至 1 200 °C 后, 薄膜的红外发射率急剧增加, 这是由于此时 Ir 薄膜已近乎完全挥发, 暴露出了红外发射率较高的玻璃涂层, 从而失去了抑制红外发射的能力。

### 3 结论

本文以提高 C/C 复合材料在高温下的红外隐身性能为背景, 提出了在 SiC-玻璃复合抗氧化涂层上通过磁控溅射法镀 Ir 薄膜的工艺方法。通过研究制备工艺对涂层微观结构及红外性能的影响, 总结出在 SiC-玻璃复合涂层表面制备 Ir 薄膜的最佳工艺参数: 溅射功率为 100 W、溅射气压为 1.2 Pa、靶基距为 65 mm。该薄膜经过 1 100 °C 氧化 1 h 后, 仍有较低的红外发射率, 具有较好的红外隐身性能, 表明其在未来航空发动机高温红外隐身涂层上具有广阔的应用前景。

### 参考文献:

- [1] YIN X M, ZHANG X, LIU H M, et al. Novel structural design strategies in ceramic-modified C/C composites[J]. *Accounts of Materials Research*, 2023, 4(12): 1095-1107.
- [2] JING T T, XIN Y P, ZHANG L, et al. Application of carbon fiber-reinforced ceramic composites in active thermal protection of advanced propulsion systems: A review[J]. *The Chemical Record*, 2023, 23(4): e202300022.
- [3] 李魏, 宋涛, 王坤, 等. 红外隐身材料的研究进展[J]. *现代技术陶瓷*, 2023, 44(4): 245-262.
- [4] LI W, SONG T, WANG K, et al. Research development of infrared stealth materials[J]. *Advanced Ceramics*, 2023, 44(4): 245-262.
- [5] ZHANG W G, LIU S, LI M, et al. A super-hydrophobic composite coating with near-infrared absorption properties[J]. *Infrared Physics & Technology*, 2021, 112: 103603.
- [6] 付前刚, 石慧伦. C/C 复合材料表面耐高温抗氧化硅基陶瓷涂层研究进展[J]. *航空材料学报*, 2021, 41(3): 1-10.
- [7] CHEN S, QIU X C, ZHANG B W, et al. Advances in antioxidation coating materials for carbon/carbon composites[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2021, 886: 161143.
- [8] 李贺军, 薛晖, 付前刚, 等. C/C 复合材料高温抗氧化涂层的研究现状与展望[J]. *无机材料学报*, 2010, 25(4): 337-343.
- [9] 郭玥. 铱/铼/碳-碳复合材料铼过渡层相关性能研究[D]. 长沙: 国防科学技术大学, 2012: 6-7.
- [10] OTSUKA A, MATSUMURA Y, HOSONO K, et al. Long term oxidation of a SiC fiber-bonded composite in air at 1 500 °C [J]. *Journal of the European Ceramic Society*, 2003, 23(16): 3125-3134.
- [11] DENG M J, XIA X Y, DENG J L, et al. Effective anti-oxidation repair coating for C/C brake materials comprising lead-borosilicate and bismuth-borosilicate glass[J]. *Materials*, 2022, 15(8): 2827.
- [12] MUMTAZ K, ECHIGOYA J, TAYA M. Preliminary study of iridium coating on carbon/carbon composites[J]. *Journal of Materials Science*, 1993, 28(20): 5521-5527.
- [13] RYDEN W D, LAWSON A W, SARTAIN C C. Electrical transport properties of  $\text{IrO}_2$  and  $\text{RuO}_2$  [J]. *Physical Review B*, 1970, 1(4): 1494-1500.