

مقایسه پلاسماهای اکسیژن و نیتروژن در تولید لایه‌های نانو و کامپوزیت آلومینا و آلومینیوم

مهدی یوسف زاده بیرق^{۱*} و صمد سبحانیان^۲ و حمید نقش آرا^۳

(تاریخ دریافت: ۱۳۹۴/۰۵/۰۳، ش.ص. ۶۶-۵۷، تاریخ پذیرش: ۱۳۹۴/۱۰/۲۶)

چکیده

امروزه پلاسما کاربردهای وسیعی را در صنعت بخود اختصاص داده است. یکی از کاربردهای آن، لایه نشانی سطوح مواد مختلف به جهت بهبود و ایجاد خواص فیزیکی، شیمیایی و مکانیکی ویژه است. در این پژوهش با استفاده از مشعل پلاسمایی و کاربرد گازهای اکسیژن و نیتروژن مورد استفاده به صورت عملی، پودر فلز آلومینیوم و اکسید آلومینیوم (آلومینا) بروی قطعات استیل نسوز به روش اسپری پلاسمایی لایه نشانی گردیده است. نتایج پس از بررسی قطعات با دستگاه آنالیز اشعه ایکس و میکروسکوپ الکترونی به موفقیت آمیز بودن این پروژه اذعان دارند. با توجه به تصاویر به دست آمده از میکروسکوپ الکترونی و اندازه ذرات لایه نشانی شده به این نکته می‌توان دست یافت که از این روش، در تولید قطعات ویژه صنعتی با لایه نشانی مواد نوین و روکش‌های نانومتری می‌توان استفاده نمود. همچنین با استفاده از دو نوع ماده، پودر فلز آلومینیوم و آلومینا که اکسید غیر فلزی است، لایه‌ای کامپوزیت متشکل از آلومینا و آلومینیوم به دست آمد و نیز برتری استفاده از مشعل پلاسمای اکسیژنی نسبت به مشعل پلاسمای نیتروژنی در این پروژه مشخص شد. پوشش دهی آلیاژها، پرکاربردترین و گسترده‌ترین روش جلوگیری از تخریب مواد در دماهای بالا می‌باشد. با استفاده از مشعل پلاسمایی اکسیدهایی که دمای دیرگدازی بسیار بالایی دارند و توسط روش‌های معمولی نمی‌توان آن‌ها را ذوب و اسپری کرد می‌توانند لایه نشانی شوند: مانند آلومینا و سیلیس و زیرکونیا.

واژه‌های کلیدی: پلاسما، مشعل پلاسمایی، اسپری پلاسمایی، لایه نشانی، پلاسمای اکسیژن، پلاسمای نیتروژن، لایه نشانی آلومینا، لایه نشانی آلومینیوم.

^۱ - گروه فیزیک، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد علوم و تحقیقات آذربایجان شرقی، تبریز-ایران

^۲ - گروه فیزیک، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد تبریز، تبریز-ایران

^۳ - گروه حالت جامد، دانشکده فیزیک، دانشگاه تبریز، تبریز-ایران

*- نویسنده مسئول مقاله: mehdi55@ymail.com

پیشگفتار

در فرآیند پلاسما اسپری ماده‌ای که باید نشانده شود وارد جت پلاسما می‌شود و از یک مشعل پلاسمایی خارج می‌شود. در این فرایند، مواد اولیه نخست به شکل پودر و به وسیله‌ی روش‌های حرارتی یا انفجاری به ذرات مذاب یا نیمه مذاب تبدیل می‌شود. سپس این ذرات پس از پاشش بر روی سطح مورد نظر چسبیده و به این ترتیب، پوشش سطحی به صورت لایه‌هایی بر روی هم تشکیل می‌گردد. از این روش پوشش دهی جهت تقویت و افزایش مقاومت سطح در برابر خوردگی، سایش و همچنین ایجاد عایق حرارتی استفاده می‌شود.

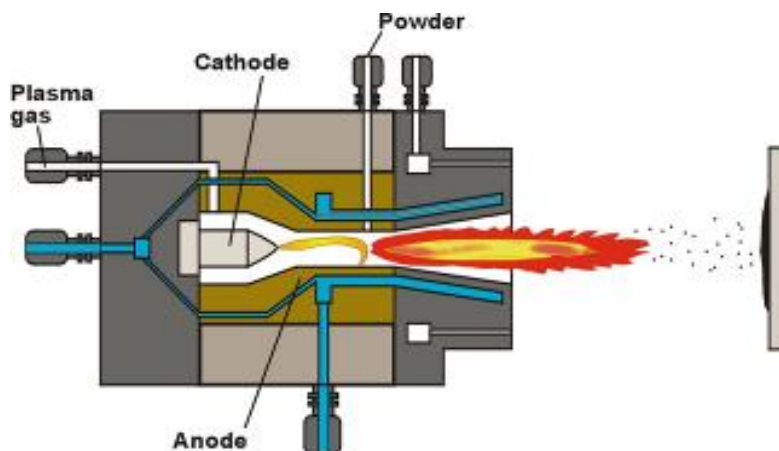
خواص مهم یک پوشش عبارتند از ضخامت، زبری و میزان تخلخل وابستگی زیادی به شرایط فرایند پوشش دهی دارند. ذره هنگام برخورد با سطح می‌تواند مذاب، نیمه مذاب و یا جامد باشد؛ بنابراین کیفیت پوشش حاصل به دینامیک برخورد این ذره با سطح و میزان پخش شدن آن بستگی دارد. این روش غالباً برای ایجاد پوشش روی مواد ساختاری به کار می‌رود. همچنین این پوشش‌ها در مقابل دمای زیاد، خوردگی و فرسایش مقاومت زیادی از خود نشان می‌دهند.

در این پژوهش هدف، لایه نشانی قطعات با پودر آلومینیوم و آلومینا (اکسید آلومینیوم) با استفاده از مشعل پلاسمایی به روش اسپری پلاسمایی می‌باشد. شکل (۱) نمایی از روش اسپری پلاسمایی را نشان می‌دهد [۶و۵]. مطالعه لایه‌های نشانده شده با این روش، تشکیل ساختارهای نانوئی را نشان می‌دهد [۷]. همچنین تشکیل پوشش‌هایی با دانه‌های میکرونی و زیر میکرونی توسط پاولوفسکی [۸] گزارش گردیده است.

باتوجه به پیشرفت‌های روز افزون علم و استفاده از فناوری‌های جدید در صنعت، فیزیک پلاسما یکی از شاخه‌های فیزیک است که کاربردهای وسیعی در صنعت نوین به خود اختصاص داده است. باتوجه به کاربردهای گسترده مشعل‌های پلاسمایی در صنعت، در این مقاله مورد بررسی و تحقیق قرار می‌گیرد. استفاده از مشعل پلاسمایی جهت لایه نشانی می‌باشد که به اسپری پلاسما یا جت پلاسما مشهور است [۱]. در سال ۱۹۱۰ اولین دستگاه اسپری حرارتی ساخته شد. و همچنین در سال ۱۹۷۵ اولین مشعل‌های اسپری پلاسما ساخته شده است.

در روش پلاسما اسپری که در دهه ۱۹۷۰ توسعه یافت از یک جت پلاسما با دمای بالا استفاده می‌شود. جت پلاسما از طریق تخلیه الکتریکی ایجاد شده و می‌تواند دمایی بیش از ۱۵۰۰۰ درجه کلوین داشته باشد [۲]. به واسطه همین دمای بالا می‌توان مواد مقاوم و نسوز از قبیل اکسیدها، مولیدن و تنگستن را نیز اسپری کرد.

در این روش انواع مختلف پودر مواد پیشرفته (سرامیکی، سرمتی، بین فلزی و ...) در درجه حرارت بین ۱۰ تا ۲۰ هزار درجه سانتیگراد ذوب و توسط گاز حامل به طور یکنواخت بر سطح قطعه پاشیده می‌شوند، با این حال سطح قطعه چندان گرم و دچار تنش‌های گرمایی نمی‌شود [۳]. به این ترتیب سطحی با پوشش یکنواخت و دارای چسبندگی و کیفیت بسیار عالی ایجاد خواهد شد و مقاومت قطعه را در برابر عوامل فرسودگی محیطی چندین برابر افزایش خواهد داد. از مزایای این روش، محدوده وسیع پوشش‌های قابل اعمال و همچنین کیفیت بسیار خوب این پوشش‌ها پس از پاشش می‌باشد [۴].



شکل ۱- لایه نشانی با اسپری پلاسمایی

- سایر قسمت‌های مهم دیگر عبارتند از قطعات داخلی هدمشعل -
الکتروودنازل - پانل کنترل و شبکه آب برای خنک کردن؛
۲- ویبره و مخزن تغذیه پودر؛
۳- گیره نگه دارنده قابل تنظیم نمونه.

منبع تغذیه این مشعل از نوع سوپچینگ با توان شش کیلووات می باشد. ولتاژ خروجی ترکیبی از پنجاه ولتی همراه با ولتاژ متناوب با فرکانس دو کیلو هرتز با دامنه ۵۰۰ ولتی است. مقدار فشار گاز ورودی به سیستم حداقل باید پنج بار باشد. در ورودی دستگاه یک رگلاتور تعبیه شده است که این فشار را از بالای پنج بار به چهار بار که مقدار آن ثابت باشد تبدیل می نماید. در شکل (۲) تجهیزات سرنازل دستگاه اسپری پلاسما مورد استفاده نشان داده شده است.

مراحل کار

در ابتدای کار پایه‌ها که از جنس استیل نسوز به ابعاد ۲*۲ سانتیمتر می باشند، کاملا تمیز شده و به ترتیب بروی گیره نصب گردید. سیستم آب خنک کننده و مشعل پلاسما را به راه اندازی و گاز ورودی با فشار ۴ بار تنظیم شد. ویبره محتوی پودر مصرفی شروع به کار کرد.

پلاسما در داخل مشعل تولید می شود و جریان سریع گاز کاری آن را از داخل مشعل به بیرون هدایت می نماید. دمای چنین پلاسمایی تا ۱۰۰۰۰ درجه کلوین می رسد. لذا دور محفظه تولید پلاسما با آب خنک می شود. در مسیر خروجی پلاسما، پودری که می خواهیم اسپری شود را وارد پلاسما می نماییم. این پودر در داخل پلاسما به دمای بالا رسیده و بر روی قطعه کار می نشیند. مشعل، وسیله ای قابل حمل است و قطعه کار در داخل محفظه پلاسما نمی باشد و فشار محیط اطراف نیز همان فشار اتمسفر است. لذا این وسیله اخیرا بسیار مورد توجه قرار گرفته و در بسیاری از موارد مورد استفاده قرار می گیرد.

دستگاه تجربی

دستگاه اسپری پلاسما مورد استفاده در این پروژه قبلا با توجه به انجام طرح تحقیقاتی برای دانشگاه آزاد واحد تبریز توسط نویسندگان این مقاله طراحی و ساخت گردیده است و از قسمت های زیر تشکیل شده است:

- ۱- مشعل پلاسمایی : شامل منبع تغذیه مورد نیاز برای تولید جت پلاسما با دمای کافی برای لایه نشانی می باشد. این منبع می تواند ولتاژ مناسب (۵۰-۶۰ ولت) با جریان ۶۵-۶۰ آمپر را تامین نماید.



شکل ۲- تجهیزات سرنازل دستگاه اسپری پلاسما

پودرهای آلومینا و آلومینیوم در نمونه های مختلف مورد استفاده قرار گرفتند .

تغییر گاز مشعل پلاسما و پودر مصرفی لایه نشانی در سه مرحله انجام پذیرفت و سه نمونه تولید و آماده گردیدند .

نمونه اول : لایه نشانی با استفاده از گاز نیتروژن و پودر آلومینا؛

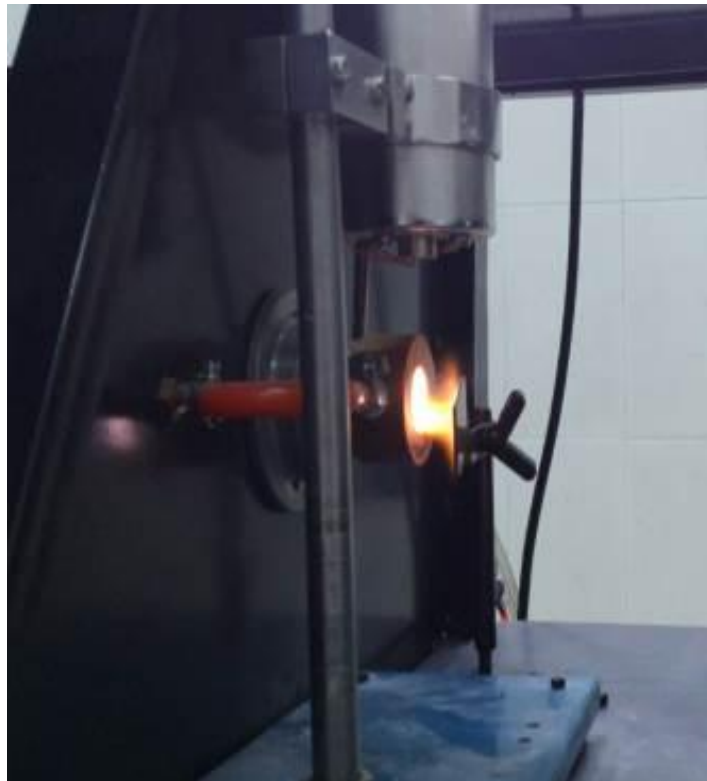
نمونه دوم: لایه نشانی با استفاده از گاز اکسیژن و پودر آلومینا؛

نمونه سوم : لایه نشانی با استفاده از گاز اکسیژن و پودر آلومینیوم.

پس از انجام مراحل و تولید قطعات لایه نشانی شده نمونه ها تحت آزمایش آنالیز XRD و میکروسکوپ الکترونی قرار گرفتند که نتایج آنها در بخش بعدی آورده شده است..

با روشن کردن مشعل پلاسما و ریزش پودر مواد از مخزن نگهداری پودر که با حرکت ویبراتور کنترل می شود، پودر توسط شعله پلاسما ذوب شده و به وسیله جت پلاسما حمل و روی مشعل سوار و بر روی زیرلایه (پایه اصلی) که از جنس فولاد زنگ نزن بود انتقال می یابد. در شکل (۳) نحوه تولید نمونه ها نشان داده شده است. پس از تولید نمونه، قطعه استیل نسوز لایه نشانی شده از گیره نگهدارنده جدا و در محلی جهت خنک شدن قرار می گیرد و قطعه دیگر پس از تمیز کردن بروی پایه نگهدارنده نصب می گردد. پودر مورد نظر داخل مخزن محتوی پودر تخلیه ریخته شده و نیز برای تغییر گاز مصرفی طبق روند آزمایش، مخزن محتوی گاز از دستگاه جدا و مخزن گاز مورد نظر به دستگاه اسپری پلاسما نصب و فشار گاز ورودی روی ۴ بار توسط رگلاتور موجود در دستگاه تنظیم می گردد. با تکرار روند آزمایش سه عدد نمونه تولید گردید.

گازهای مورد مصرف در مشعل پلاسما و گاز نیتروژن و اکسیژن است.



شکل ۳ - تصویر تولید نمونه

نتیجه گیری

با مقایسه طیف‌های ایجاد شده در نمونه‌های مختلف با طیف‌های شاخص نتایج ذیل حاصل می‌گردد.

طیف‌های ایجاد شده در نمونه ۱ در نمودار شکل ۴ وجود آلومینا در سطح مورد بررسی را نشان می‌دهد و در نمودار شکل ۵ نیز طیف‌های وجود آلومینا مشخص است؛ اما در نمودار شکل ۶ طیف‌هایی از وجود آلومینیوم به همراه آلومینا وجود دارد.

به طور خلاصه این گونه از نمودارهای طیف‌های پراش پرتو ایکس (XRD) می‌توان نتیجه گرفت که:

نمونه اول: دارای طیف‌هایی از آلومینا؛

نمونه دوم: دارای طیف‌هایی از آلومینا؛

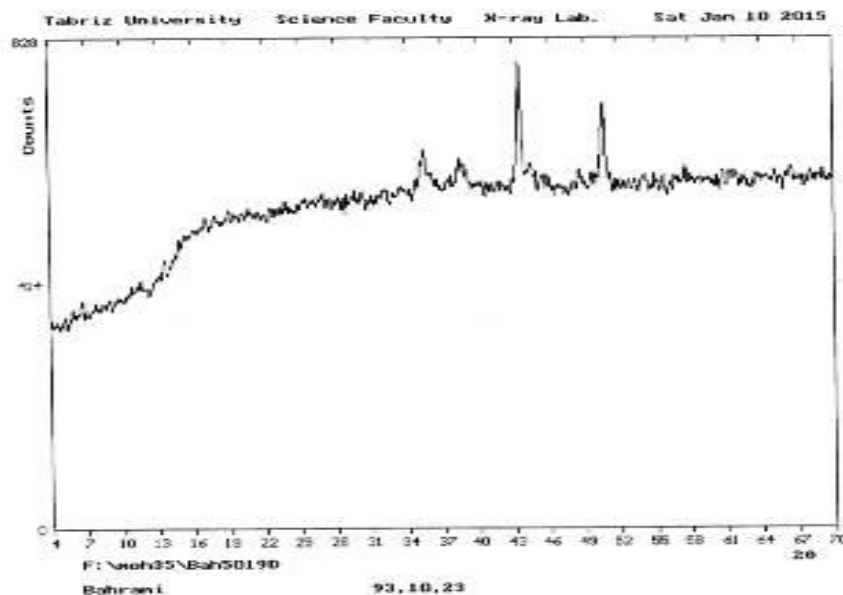
نمونه سوم: دارای طیف‌هایی از آلومینا و آلومینیوم.

البته باید توجه داشت در نمونه ۲ نسبت به نمونه ۱ طیف‌های آلومینا مشهودتر است که نشان دهنده برتری گاز مصرفی اکسیژن به نیتروژن در این آزمایش می‌باشد؛ یعنی با استفاده از گاز اکسیژن در مشعل پلاسمایی بازده لایه نشانی آلومینا بروی استیل نسوز

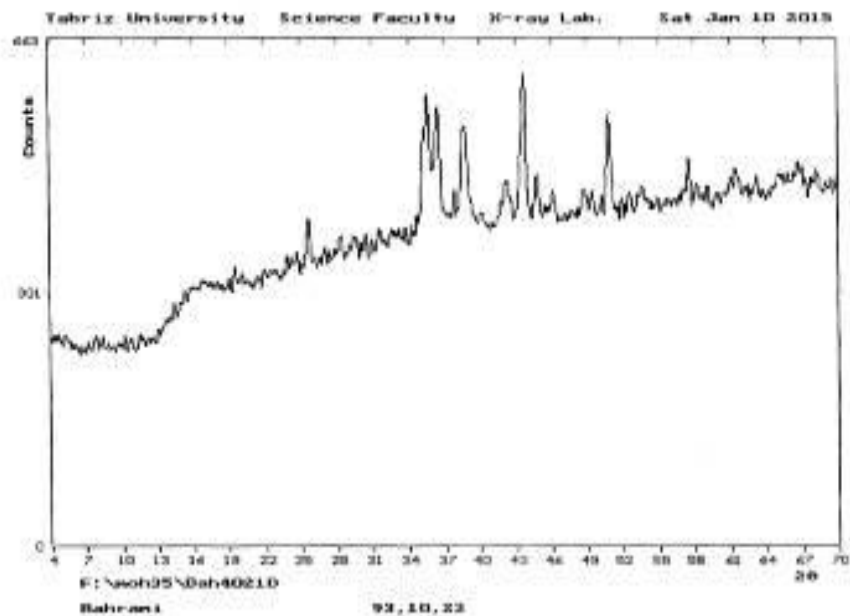
افزایش بیش‌تری یافته است. برای تهیه نمونه ۲ گاز مورد استفاده در مشعل پلاسمایی از گاز نیتروژن در تولید نمونه ۱ به گاز اکسیژن تغییر یافت. همان گونه که اشاره گردید و در نمودار طیف‌ها در شکل ۵ نسبت به شکل ۴ مشخص است، در نمونه دوم به دلیل بازدهی مناسب و ایجاد دمای بیش‌تر و ذوب بهتر، طیف وجود آلومینا شاخص‌تر است.

با بررسی نمودار طیف XRD شکل ۶ مربوط به نمونه ۳ طیف‌های آلومینیوم و آلومینا هر دو مشاهده می‌شود.

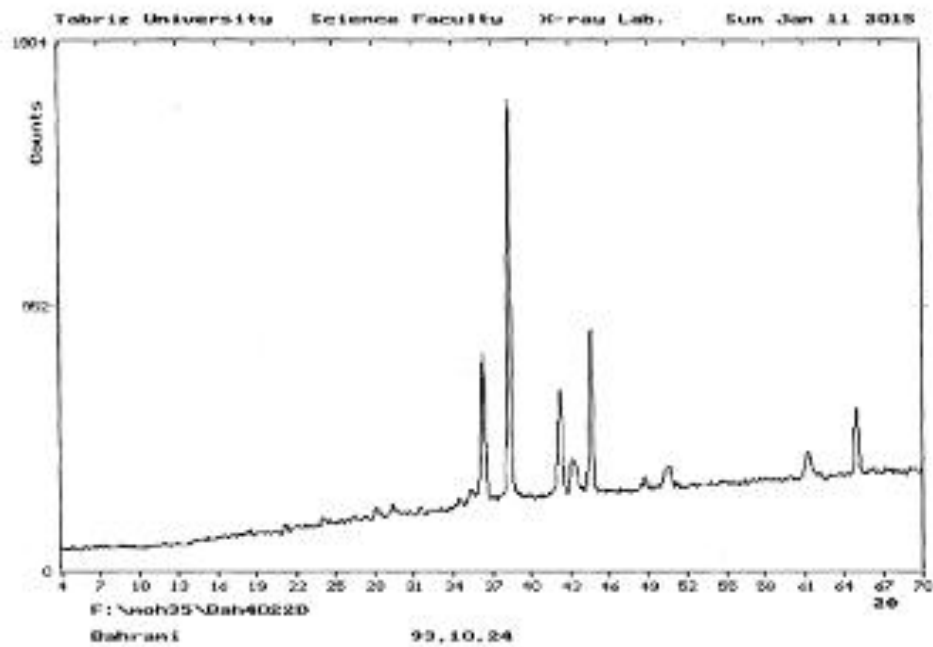
با توجه به استفاده از پودر فلز آلومینیوم و کاربرد گاز اکسیژن در مشعل پلاسمایی و تولید نمونه سوم و نتایج حاصله به این نکته می‌توان دست یافت که ماده آلومینا یک اکسید غیر فلزی است و خواص کاملاً متفاوتی با فلز آلومینیوم از لحاظ دمای ذوب، خواص فیزیکی و شیمیایی دارا می‌باشد. در این آزمایش، تولید و لایه نشانی شد و در نهایت کامپوزیتی از آلومینیوم و آلومینا به وجود آمد. این مسئله نشان دهنده این موضوع می‌باشد که مقداری از پودر آلومینیوم مورد استفاده ذوب و اکسید گردیده و به آلومینا (اکسید آلومینیوم) تبدیل شده است و ما بقی لایه نشانی شده فقط ذوب گردیده و با انتقال اسپری پلاسمایی بروی استیل نسوز نشسته است.



شکل ۴ - طیف آلومینا نمونه ۱ تولید با گاز نیتروژن



شکل ۵- طیف آلومینا نمونه ۲ تولید با گاز اکسیژن



شکل ۶- طیف های آلومینا و آلومینیوم نمونه ۳ تولید با گاز اکسیژن

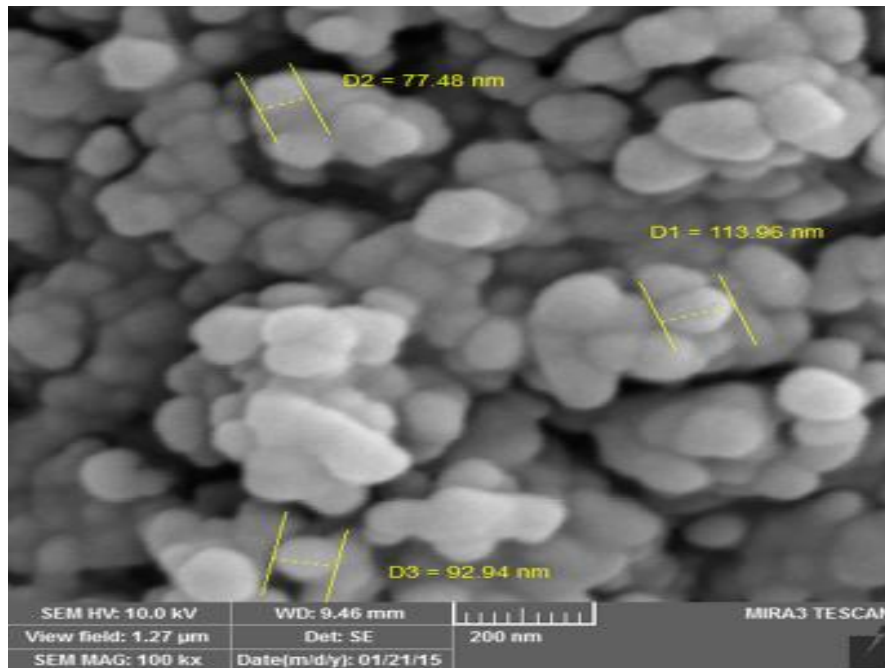
به پلاسما نیتروژنی در لایه نشانی آلومینا از پودر فلز آلومینیوم، نیز از نتایج تصاویر SEM و XRD مشهود می‌باشد. در مورد نمونه شماره ۳ نتایج نشان می‌دهد که لایه آلومینا که یک ماده غیر فلزی با خواص فیزیکی و شیمیایی متفاوت از آلومینیوم فلزی است، روی زیر لایه تشکیل می‌شود. تشکیل کامپوزیت $Al_2O_3 - Al$ (سرامیک - فلز) ناشی از این موضوع است که پوشش‌های سطح از ذراتی تشکیل می‌شوند که یا کاملاً اکسید شده‌اند و یا به طور جزئی ذوب شده‌اند.

در شکل ۸، شکل میله گونه (مربوط به نمونه ۳) نشانه‌ای از تشکیل نوعی کامپوزیت می‌باشد. در آزمایش‌های ما میانگین قطر ذرات نانو آلومینا حدود 79 nm بود. به علاوه نتایج نشان داده‌اند که در حالت استفاده از تصاویر میکروسکوپ الکترونی، اشکال غیر منظمی با ابعاد گوناگون ($10 - 100\text{ nm}$) وجود دارد. همچنین تشکیل کلاسترهایی از این مولکول‌ها با ابعاد $5 - 50\text{ nm}$ نیز می‌تواند تشخیص داده شود.

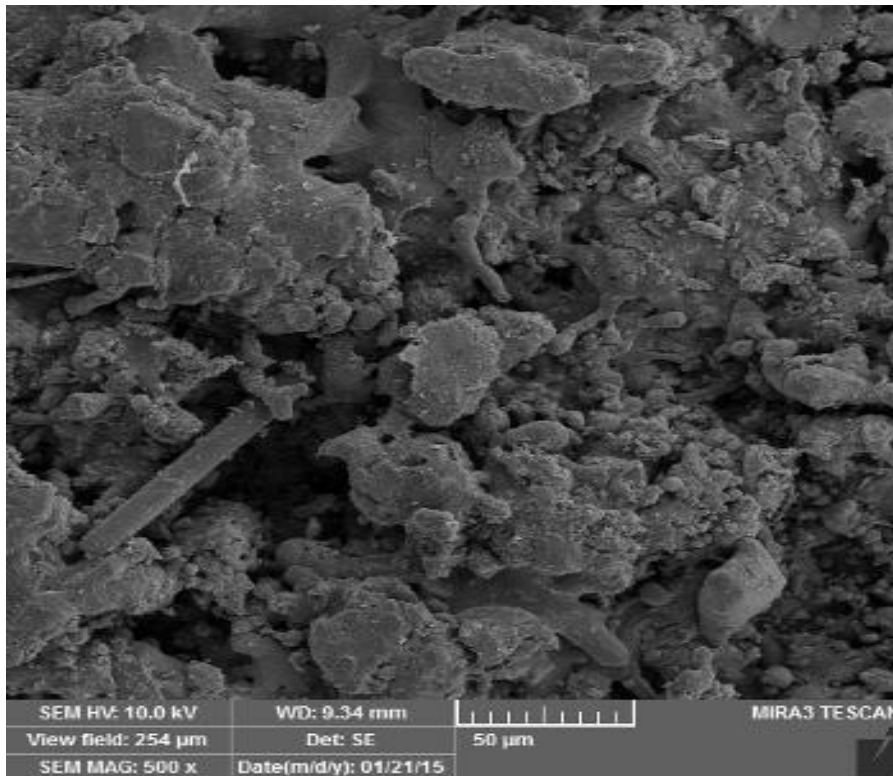
به عنوان نمونه توزیع ابعاد دانه‌ها و قطعات بروی استیل در شکل ۹ نشان داده شده است. با بررسی نمودار شکل ۹ به این نکته می‌توان دست یافت که توزیع دانه بندی ذرات لایه نشانی با این روش بیش‌تر در محدوده 70 تا 90 نانومتر می‌باشد.

در تصاویر میکروسکوپ الکترونی SEM که از نمونه‌های تولیدی حاصل گردیده، ذرات آلومینا در حدود نانومتر مشخص شده است. در تصویر SEM مربوط به نمونه سوم ذرات آلومینا و ذراتی از آلومینیوم به صورت میله‌ای مشخص هستند که این میله‌ای بودن تشکیل کامپوزیتی از مواد را تایید می‌کند. طیف‌های پراش پرتو ایکس (XRD) نمونه‌های لایه نشانداده شده توسط دستگاه اشعه X دانشکده فیزیک دانشگاه تبریز گرفته شده‌اند. مقایسه این طیف‌ها با طیف‌های استاندارد $Al_2O_3 - \alpha$ تشکیل فیلم‌هایی از این ترکیبات را روی زیر لایه استیل نسوز تایید می‌کنند.

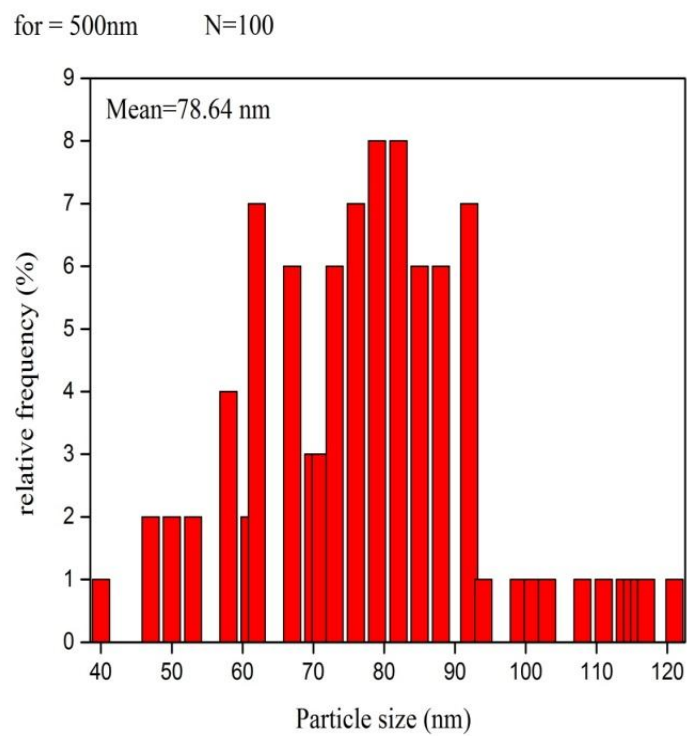
در شکل ۴، طیف‌های XRD نمونه ۱ و در شکل ۵ طیف‌های مربوط به نمونه ۲ و در شکل ۶ طیف‌های مربوط به نمونه ۳ دایر بر تشکیل Al_2O_3 داده شده‌اند. مورفولوژی سطح نمونه‌های پاشش شده (اسپری شده) به وسیله میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) دانشگاه تبریز (مدل Mira 3 TESCAN) مشخص گردیده‌اند. شکل‌های ۷ و ۸ عکس‌های میکروسکوپ الکترونی روبشی لایه آلومینا که توسط جت‌های پلاسما نیتروژن و اکسیژن تهیه شده‌اند را نشان می‌دهند. همچنین ملاحظه می‌شود که در حالت استفاده از اکسیژن و فلز آلومینیوم (بجای پودر آلومینا و نیتروژن) نتیجه قابل توجه است و آن تشکیل کامپوزیت آلومینا-آلومینیوم می‌باشد. همچنین موثر بودن پلاسما نیتروژنی نسبت



شکل ۷- تصویر SEM مربوط به نمونه لایه نشانی شده با آلومینا



شکل ۸ - تصویر SEM مربوط به نمونه لایه نشانی شده با آلومینا و آلومینیوم



شکل ۹- توزیع ابعاد دانه ها و قطعات تشکیل یافته روی استیل نسوز مربوط به لایه نشانی با آلومینا

تشکر و قدردانی

این مقاله مستخرج از گزارش نهایی طرح تحقیقاتی مصوب دانشگاه آزاد اسلامی واحد تبریز تحت عنوان: طراحی و ساخت تورچ پلاسمایی برای لایه نشانی می‌باشد.

بدین وسیله از اداره پژوهش و فناوری دانشگاه آزاد اسلامی واحد تبریز که در تحقق این کار پژوهشی ما را مساعدت و پشتیبانی کرده‌اند، سپاسگزاری می‌کنیم.

References:

- 1- J. ReeceRoth, Industrial Plasma Engineering-IOP.Publishing,London, 2001.
- 2- P. Fauchais.; "Understanding Plasma Spraying"; J Phys D: Appl Phys; 37:R86-R108, 2004.
- 3- C.E Mancini.,C.C Berndt,L. Sun,A. Kucuk; "Porosity determinations in thermally sprayed hydroxyapatite coatings"; J. Mat. Sci.; 36: 3891-96,2001.
- 4- L. Sun.,C.C Berndt.,C.P. Grey.; "Phase, structural and microstructural investigations of plasma sprayed hydroxyapatite coatings"; Materials Science and Engineering: A360: 70-84, 2003.
- 5- F. Nadeau,L. Pouliot andJ. Blain Thermal Spray: Surface Engineering via Applied Research ed C C Berndt (Ohio, USA: ASM International Materials Park) pp. 1131-7, 2000.
- 6- T. Haure, ADenoirjean, P.Trissant, H.Hidalgo, S.Koram andP. Fauchais 2004 Alumina splat on alumina substrate Proc. ITSC (Osaka, Japan,) at press, 2004.
- 7- Sobhanian S.,Low Temperature Plasma Sources, Workshop On low Temperrature Plasma And Their Applicatins,Tabriz university.
- 8- Farancies,F.chen.1994.Industrial Applaiication of Low Temperature Plasma Physics.Part A.Unive.california.
- 9- Pfender,E., Fincke,J.R. and R. Spores, "Entrainment of Cold Gas into thermal PlasmaJets," Plasma Chem. Plasma Process. 11, 529-543,1991.
- 10- Mauer,G., Vasen,R., Stover ,D., "Atmospheric plasma spraying of yttria-stabilized zirconia coatings with specific porosity" , Surface & Coatings Technology 204, 172-179,2009.
- 11- Leal-Quiros,Ed bertho,Plasma Processing of Municipal Solid Waste,Brazilian Journal of Physics34(2004)
- 12- Rointan,F.Bunshah.2001.Handbook of preposition Technologies for Film and Coating.
- 13- Smagorinski, M.E., and Tsanrizos, P.G., "Production of Spherical Titanium Powder by PlasmaAtomization", Proceedings of PM2TEC Conference, Orlando, USA, p.3-248 – 3-260, 2002.
- 14- Indian Journal of Engineering & Materials Sciences Vol.17,June2010,pp199-207.

