

دراسة تأثير المعاملة الحرارية لمتراكب سيرميتي محضر بطريقة الرش الحراري

باللهب

سفيان حواس حميدي

قسم الفيزياء، كلية العلوم، جامعة تكريت، تكريت، العراق.

sufianhh@yahoo.com

الملخص

تم استخدام تقنية الرش الحراري باللهب في إنتاج مادة مركبة ذات أساس من الزركونيا نسبة 25% مقواه بدقائق من الألومينا نسبة 25% مع مادة رابطة من (Al-Ni) بنسبة 50% على قاعدة من سبيكة الفولاذ نوع (316L) بعد إن تم تهيئتها بطريقة التخشين بالعصف الحبيبي. أجريت عملية الرش باستخدام مسافة رش (12,14,16,18,20)cm. اختبارات الصلادة تم إجرائها على طبقة المادة المركبة المنتجة لدراسة تأثير تغير مسافة الرش على خواص الطبقة الناتجة. تم إجراء المعاملة الحرارية على العينات عند $(1150, 1050, 950, 850) ^\circ\text{C}$ لمدة ساعة. أكدت نتائج الاختبارات بأن أفضل مسافة رش (16cm) وأفضل معاملة حرارية عند $(1050 ^\circ\text{C})$ كان لهما تأثير كبير في تحسين خاصية الصلادة لطبقات المادة المركبة.

الكلمات الدالة: المواد المركبة؛ المواد الهندسية؛ تقنيات الطلاء.

DOI: [10.32894/kujss.2021.167517](https://doi.org/10.32894/kujss.2021.167517)

Study Effect Treatment Thermal for Cermet Composite Prepared by Flame Thermal Spray Method.

S. H. Hameedi

Department of Physics, College of Science, University of Tikrit, Tikrit, Iraq.

sufianhh@yahoo.com

Abstract

Flame thermal spraying technology was used in the production of 25% zirconia composite material with 25% alumina particle with binder material of 50% Al-Ni alloy base on 316L alloy steel base, after preparation the base surface with a method of roughing the granular. Spraying was carried out using a spray distance (12,14,16,18,20) cm. Hardness tests were carried out on the composite material to study the effect of changing spray distance on the properties of the resulting layer. The thermal treatment was performed on the samples at (850,950,1050,1150) °C for an hour. The results of the tests confirmed that the best spraying distance (16 cm) and the thermal treatment (1050°C) have a significant effect on improving the hardness of the layers of the composite material.

Keywords: Composite Materials; Material Engineering; Spray Techniques.

DOI: [10.32894/kujss.2021.167517](https://doi.org/10.32894/kujss.2021.167517)

1. المقدمة:

تعد عمليات الرش الحراري واحدة من أهم عمليات الطلاء للمواد الهندسية بسبب امكانياتها التكنولوجية على انتاج طلاءات بسمك أكبر من ($50\mu\text{m}$) وبأداء عال لمدى كبير جدا من مواد الطلاء وعلى أسطح مختلفة ولمختلف التطبيقات الصناعية [1]. احتلت تقانات الرش باللهب موقع مهم حيثُ يمكن ان نستخدم من خلالها العديد من المواد التي تتميز بأنها ذات درجات حرارة وانصهار مختلفة، لكي ننتج مواد مركبة ذات خواص فيزيائية وميكانيكية جيدة. كما تعد واحدة من أهم الوسائل المستخدمة صناعياً في آلية تغطية السطوح ذات الاحجام الضخمة و الكبيرة وبكفاءة ومعدلات ترسيب عالية [2]. إن خواص المادة الاولية وتستعمل لغرض التنبؤ بسلوكها تحت شروط أو تطبيقات معينة، من هنا يمكن اختيار المادة التي يمكن طلاؤها، وتحديد خواصها سواء كانت فيزيائية أم ميكانيكية، ويمكن استخدام بعض المركبات للطلاء كخليط أو بصورة منفردة، وفي تكنولوجيا هندسة السطوح عموماً تستخدم الطلاءات لتقليل كلفة المركبات الداخلة في اعادة التأهيل وذلك لتمييزها بخدمة مقبولة للأداء وتقليل الكلفة بمرور الزمن، مقاومة البلى والتآكل للسطح المحدد، اعادة الجزء المتآكل من السطح للخدمة، ومعالجة التآكل الميكانيكي كالتنقر مثلاً (Pitting) [3]. أما في مجال تأثير المعاملة الحرارية (HeatTreatment) على طبقة الطلاء ودراسة التغيرات التي تحدث فيها فقد توجه العديد من الباحثين على استخدام المعاملة الحرارية المناسبة لخفض نسبة المسامية، ولزيادة الترابط الكيميائي بين طبقات الطلاء والقاعدة، في حين ذهب آخرون على استخدام قصف سطوح طبقات الطلاء بشعاع الليزر وبقدرات مختلفة لغرض اعادة صهر طبقات الطلاء (Remelting) وبالتالي اختزال قيم المسامية لدرجة كبيرة وتحسين الخواص الميكانيكية لطبقات الطلاء [4].

2. المواد المستخدمة وطريقة العمل:

2.1 المواد المستخدمة:

تم استخدام السبيكة المعدنية (المنيوم-نيكل) بشكل مسحوق والتي تسمى المادة الرابطة والتي تم تصنيعها من خلال شركة (Metco) ذات اصل سويدي تساعد هذه المادة على حصول اندماج كيميائي والحجم الحبيبي لها هو بين ($75-100\mu\text{m}$)، وتمتاز هذه السبيكة بمقاومة عالية لظاهرة التأكسد وخصوصاً عند استخدام درجة تليد عالية، و تجانس انصهارها وبأنها ذات تماسك ممتاز مع الطبقة الاساسية التي تم الرش عليها. كما تم استخدام باوذر اوكسيد الالمنيوم

(Al₂O₃) المصنع من شركة (Metco) كمادة أساس (Matrix) وبحجم حبيبي (70-100µm)، حيث له عزليه كهربائية عالية جداً ومقاومة احتكاك (Wear) ممتازة عند درجات الحرارة العالية ويمتلك درجة حرارة انصهار (2050°C) وهو من نوع (α-Al₂O₃). تم قياس الحجم الحبيبي لمادة الطلاء بطريقة التحليل بالمناخل (Sieving Analysis) المصنعة طبقاً للمواصفات الأمريكية (ASTM) فكانت مقاربة النتائج. ان هذه الحجوم الحبيبية هي كافية للانصهار في جهاز الرش الحراري بهذا الحجم الحبيبي، ومسحوق الزركونيا تم استخدامه لكونه يساعد على استقرار الألومينا ولا يحصل تشقق لها نتيجة تحولها من شكل الى اخر وكان الحجم المستخدم للزركونيا هو (75µm) ومن صناعة شركة (Metco) ايضا. الزركونيا المستخدمة تمتلك ثلاثة أطوار هي (Tetragonal-Monoclinic-Cubic) مع درجة انصهار (2080°C).

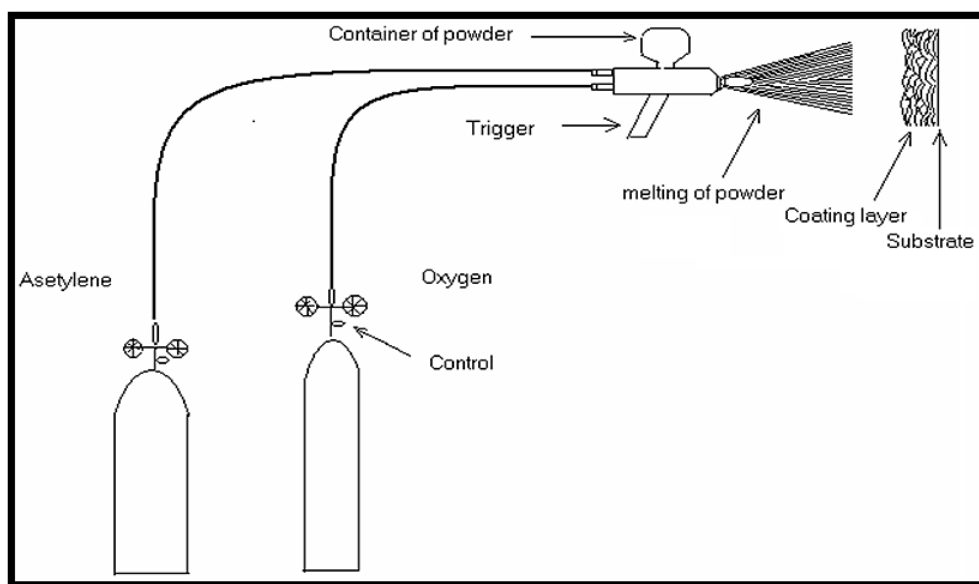
2.2 تحضير العينات:

ان المادة التي تم اجراء الرش الحراري عليها هي أفلواذ من نوعية (316L)، حيث تمتاز هذه السبيكة بعملها الجيد لعدد من المجالات الطبية، الصناعية، الغطاء، العسكرية و التصنيع الهندسي والتي تحتاج قوة ميكانيكية عالية والعمل عند درجات تليد جيدة وكذلك مقاومة للصدأ بامتياز. ان هذه السبيكة تم تجزئتها الى عدة اجزاء بأقطار (22 ملمتر) وارتفاع (4 ملمتر)، يتم اخذ اجزاء وقطع السبيكة الناتجة ويتم اجراء عمليات التعقيم لها، ويتم تنظيفها بواسطة الكحول والميثانول للتخلص من الملوثات والدهون، ويتم بعد ذلك تثبيتها بالجهاز لغرض الرش لكن يجب ان لا يتم مسكها او لمسها وذلك لكي لا يتم تلوثها. وتم تخشين السبيكة بواسطة العصف الحبيبي. لغرض نجاح عملية الرش الحراري باللهب والحصول على طلاء متميز لابد من الاخذ بنظر الاعتبار كل من مسافات الرش الحراري المختلفة بين جهاز الرش والسبيكة الاساس و زوايا توجيه الجهاز نحو القواعد، نوع التخشين المستخدم للقاعدة، ارتفاع الطبقة الناتجة من الطلاء. الجدول 1 يبين اساسيات الرش الحراري باللهب التي حصلنا عليها من خلال التجارب المختلفة. والشكل 1 يبين آلة الرش الحراري باللهب. ان الخليط السيرميتي مكون من نسبة 50%(المنيوم-نيكل) مع باودر اوكسيد الالمنيوم بنسبة 25(%) مع نسبة 25(%) من اوكسيد الزركونيا التي تساعد على استقرار اطوار اوكسيد الالمنيوم. وتم اخذ الخليط السيرميتي(سيراميك و معدن) ومزجه بشكل جيد بواسطة خلاط لفترة زمنية مقدارها (1hr) حيث ان الخلط يساعد على تجانس المركبات المخلوطة،

ولغرض التخلص من الرطوبة المتكونة للمساحيق يتم وضعها عند درجة حرارة (120 °C) لمدة (25 min) داخل الفرن لغرض التجفيف، حيث أن الفرن الكهربائي المستخدم كان نوع (CARBOLITE) ويمكن السيطرة على درجة الحرارة. ان إزالة الرطوبة بالمعاملة الابتدائية يساعد على زيادة قوة التماسك مع السبيكة الاساسية. ان الغرض من استخدام المادة الاساس بنسبة النصف هو للتخلص من ظهور مسامية على السطح الناتجة من الطلاء وعند استخدام نسبة اكثر او اقل من هذه النسبة تظهر تلك العيوب [5].

جدول 1: معلمات عملية الرش الحراري لتحضير المادة المركبة السيرميتية.

0.7/4	نسبة خليط الاوكسجين والاستلين
(12,14,16,18,20) cm	مسافات الرش
(1.45± 0.17)mm	سمك طبقة الطلاء الناتج
(3500 °C)≈	درجة حرارة اللهب
(75 -100)μm	الحجم الحبيبي للمسحوق
(1-2)min.	زمن الطلاء
5Sec	الزمن بين كل رشتين



شكل 1: مخطط يوضح منظومة الرش باللهب.

تم اجراء الرش الحراري بمسافات مختلفة لتحديد احسن مسافة مثلى وتحقيق الخواص المطلوب الحصول عليها خلال البحث، حيث ان مسافة الرش بين مسدس الرش والقاعدة من المعالم المهمة حيث تم اخذ مسافات متعددة كما في الجدول اعلاه ووجد ان افضلها هي 16cm عن طريق نتائج فحص الاشعة السينية والصلادة، أما زاوية الرش فقد كانت (90°). بعد ذلك عوملت العينات حرارياً عند $^{\circ}\text{C}$ (1150, 1050, 950, 850) ولفترة زمنية مقدارها ساعة واحدة فقط. هنالك العديد من مواد الرش التي يتكون منها الطلاء وهي قد تكون بشكل باودر او شكل اسطواني سيراميكي او حتى بشكل سلك وكذلك منصهرات [6]. أما زاوية الرش فقد كانت (90°). ان اعظم كفاءة حصل عليها من اعمال سابقة عند زاوية رش للطلاء بين (75°) و (95°) بالنسبة للنحاس، وبين (65°) و (85°) بالنسبة للتيتانيوم [7].

3. القياسات:

3.1 فحوصات الاشعة السينية:

لقد اعتمد فحص الاشعة السينية (XRD) وذلك لتحديد طبيعة البنى البلورية للنماذج المدونة فقد تم استخدام جهاز حيود الاشعة السينية نوع (SHIMADZU) وبالمواصفات الاتية:

الاشعة المستخدمة هي (Cu-K α) ذات طول موجي (1.54060°A) وبسرعة مسح (5deg/min).

3.2 فحوصات المجهر الضوئي:

تم إجراء عملية الفحص المجهرى للعينات التي تم طلاؤها لملاحظة التركيب الدقيق لها وبقوة تكبير (400X)، لغرض فحص التركيب المجهرى للعينات لا بد من تحضيرها بشكل جيد وتشمل عملية التحضير عملية التنعيم (Process grinding)، عملية الصقل (Process polishing)، عملية الإظهار (Etching Process).

3.3 قياس الصلادة:

لأجل معرفة قوة صلادة نماذج الطلاء الناتجة بعد الرش تم استخدام طريقة برينل لقياس الصلادة باستخدام جهاز نوع (Proceed Equip 2). وعند فحص الصلادة اخذت قراءات متعددة لكل الطلاء. وكما يمكن من خلال الجهاز التحويل الى اي نوع من انواع قياسات الصلادة المتعددة. وقد تم برمجة الجهاز ليعطي رقم الصلادة البرينيلية التي تم اعتمادها في

هذا البحث. الجدول 2 يوضح مواصفات جهاز صلادة برينل الرقمي. حيث يتم حساب رقم برينل (H_B) عن طريق العلاقة ادناه [8] :

$$HB = F / \left(\frac{1}{2} \right) \pi D (D - \sqrt{D^2 - d^2}) \dots \dots \dots (1 - 3)$$

حيث أن:

D = قطر الكرة (مم)

d = قطر الاثر الدائري (مم)

F = الحمل، الذي تكون وحدته في اختبار الصلادة كغم. قوة (kg.f) حيث أن: $1 \text{ kg} = 9.8 \text{ N}$ (نيوتن)

جدول 2: أهم خصائص جهاز صلادة برينل المستخدم.

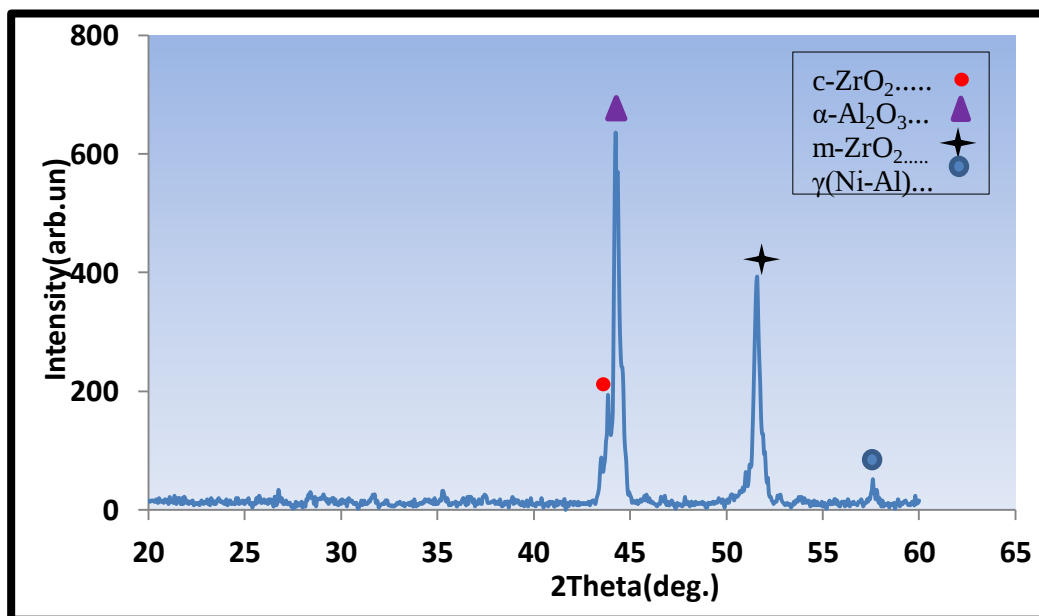
ت	العنوان	القيمة
1	اعلى صلادة للجهاز	$940 H_B$
2	طاقة الصدمة	11 Nm
3	كتلة الكرة المستخدمة	5.5 gm
4	قطر انبوب الاختبار	3 mm
5	قطر الجهاز الكلي	20 mm
6	ارتفاع جهاز الصدمة	150 mm

حيث تم فحص صلادة السطح من جميع الجهات وقد وجد ان هنالك تقارب بين النتائج للصلادة وهذا دليل على قوة طبقة الطلاء وتجانسها مع بعضها البعض وخلوها من المسامات والفجوات الخارجية تقريباً.

4. النتائج والمناقشة:

4.1 فحوص حيود الاشعة السينية:

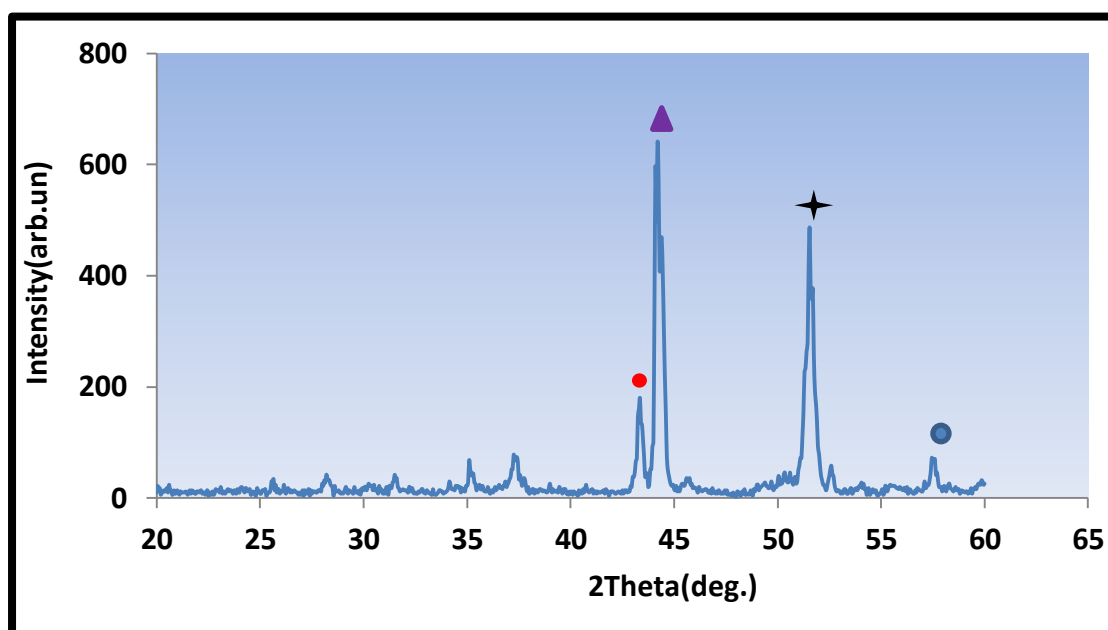
ان الفحص بحيود الاشعة السينية سواء للمواد الصلبة ام للمساحيق هو مسيلة مهمة جداً لغرض التعرف على التغيرات الطورية للمواد، هي تقنية تستخدم لتوصيف البنية البلورية، و حجم الحبيبات البلورية، والتوجه في العينات الصلبة المسحوقة أو عديدة البلورات. يستخدم الحيود بالمسحوق عموماً لتحديد المواد المجهولة، بمقارنة معطيات الحيود مع قاعدة البيانات الموجودة في المركز الدولي لبيانات الحيود. والحيود بالمسحوق هي أيضاً طريقة لتحديد الإجهادات في المواد البلورية. ويمكن رؤية أحجام البلورات كتوسع في ذروات حيود الأشعة السينية. وعند اجراء الفحص بحيود الاشعة السينية وجد خلال الفحص ان النوع المستخدم في الألومينا هو (α) ذو تركيب ثلاثي الزوايا (Trigonal) حيث توجد الألومينا في أشكال بلورية متعددة ولهذه الأشكال الصيغة الكيميائية نفسها، ولكنها تختلف في انتظام ذرات الألومنيوم والأكسجين [9]، اما المادة المعدنية الرابطة (النيوم-نيكل) فقد كانت من نوع (γ FCC). وعند المقارنة مع جدول القياسات العالمي وجدول المساحيق، نجد ان عدد من القمم تتداخل بين الزوايا ($2\theta=42-44$) وهما من الطورين (الومينا- α) مع (الزركونيا- Cubic). وشكل 2 يوضح فحص حيود الاشعة السينية لخليط مساحيق الطلاء قبل عملية الطلاء.



شكل 2: حيود الأشعة السينية لمساحيق الطلاء السيرميتية.

(Ni-Al) 50% + (Al₂O₃) 25% + (ZrO₂) 25% قبل إجراء عملية الطلاء

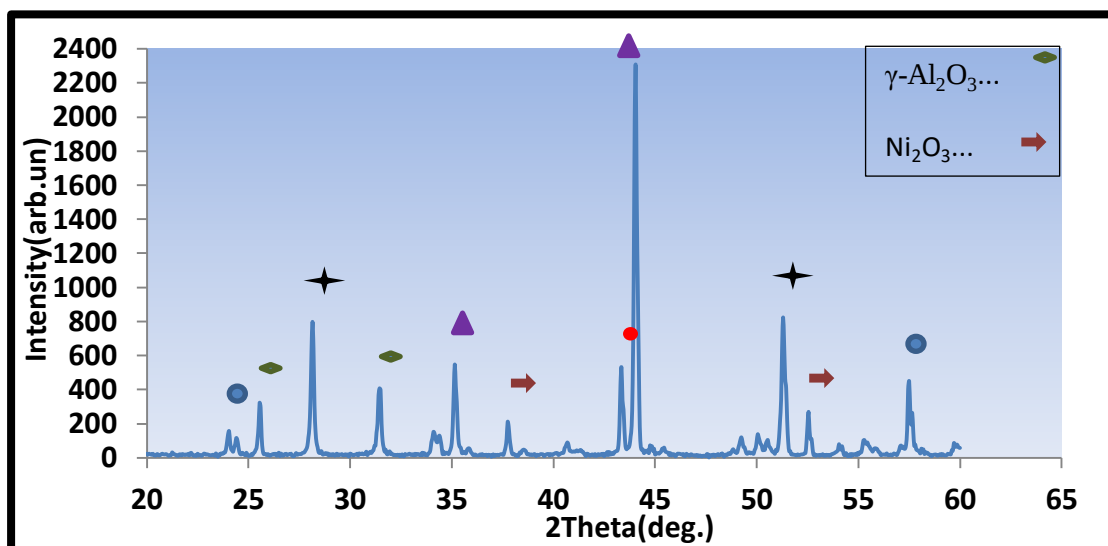
بعد اكمال عملية الطلاء للعينات بواسطة مسدس الرش تم تليدها عند حرارة (950 °C) ولفترة زمنية مقدارها ساعة، حيثُ وجد ان هنالك زيادة في الشدة وكذلك زيادة في النماء البلوري و ظهور العديد من الارتفاعات والقمم الاخرى دلالة على عدم ظهور اطوار جديدة لمادة الطلاء وايضا نلاحظ هنالك ظهور للأطوار النامية عند حصول تحسن في طبقات الطلاء كما في الشكل 3 ادناه.



شكل 3: حيود الأشعة السينية لطبقة الطلاء بعد المعاملة الحرارية عند (950 °C) ولمدة ساعة

إما عند التليد بمعاملة عند درجة حرارة (1050 °C) لطبقات الطلاء وبنفس الزمن ساعة واحدة وجد ان هنالك عدد كبير من القمم تظهر ويعزى ذلك الى ان هذه القمم سببها التجانس التام تقريباً بين المساحيق المنصهرة مع بعضها البعض وان ظهور القمم الجديدة يعود لتكوين مركبات معدنية بعد عملية الانصهار وهذا يماثل نتائج الفحوص الفيزيائية وكذلك المجهرية التي تم الحصول عليها من طبقات الطلاء. الاطوار المتكونة نتيجة الفحص تم مقارنتها مع جدول القياسات (ASTM) عن طريق مقارنة المسافة البلورية وكما مبين في الشكل 4 ادناه. ونلاحظ ايضا عند هذا التليد زيادة المواقع الزاوية عند الزاوية ما بين (4-42=2θ)، 4 والزاوية (2θ=52) لكلا النوعين من الطور (الوميثا- α) مع الطور الاخر (الزركونيا- m) وظهورهما بشكل مميز وانحراف بشكل بسيط عن الاطوار قبل التليد مع ضيق لعرض المنحني البلوري.

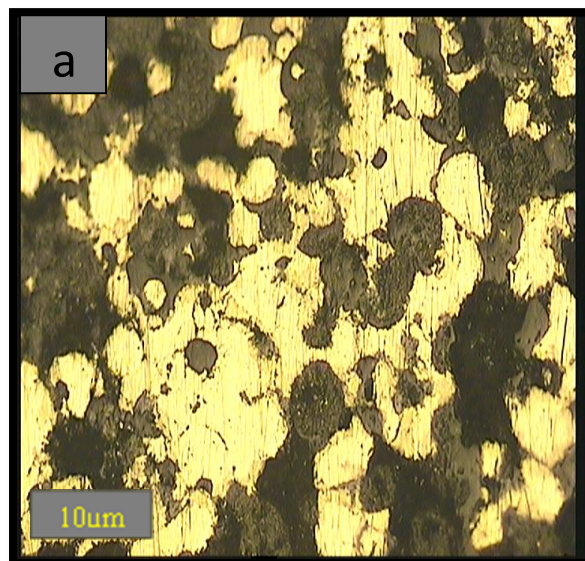
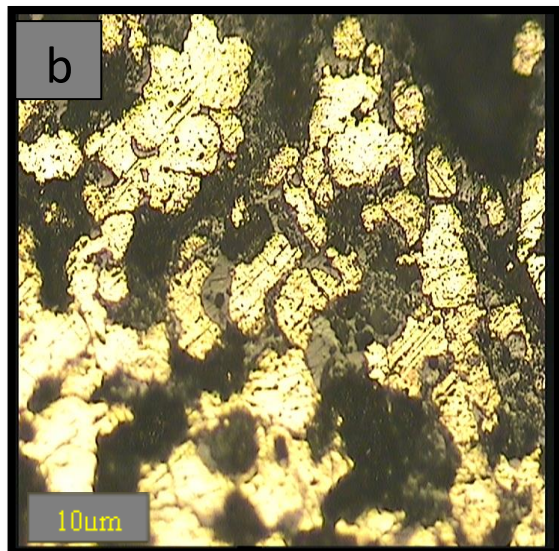
ان هذا يدل الى ان الانصهار والتجانس شبة التام حصل بينهما وان هذا يساعد على حصول قوة تلاصق وتماسك بين اجزاء الطلاء وزيادة بالتجانس وانخفاض قيم المسامية العالية بشكل كبير [10].



شكل 4: حيود الأشعة السينية لطبقة طلاء بعد المعاملة الحرارية عند (1050 °C) ولمدة ساعة.

4.2 نتائج فحص المجهر الضوئي:

تم اخذ صور مجهرية لعينات الطلاء التي تم تليدها لدرجتين حراريتين هما (950,1050) °C ولفترة زمنية مقدارها ساعة واحدة، والموضحة بالإشكال (5 – a,b) للبنية المجهرية للعينات الناتجة من التليد بكلا المعاملتين الحراريتين. وجد ان البنى المجهرية لطبقات الطلاء السيرميتية بعد المعاملة متماسكة وذات قوة تجانس عالية ونلاحظ ايضاً وضوح كبير وانتشار مميز لأجزاء سطح طبقة الطلاء المبينة ادناه.



شكل 5: التركيب المجهرى للعينات بقوة تكبير (400X) بعد إجراء المعاملات الحرارية عند :

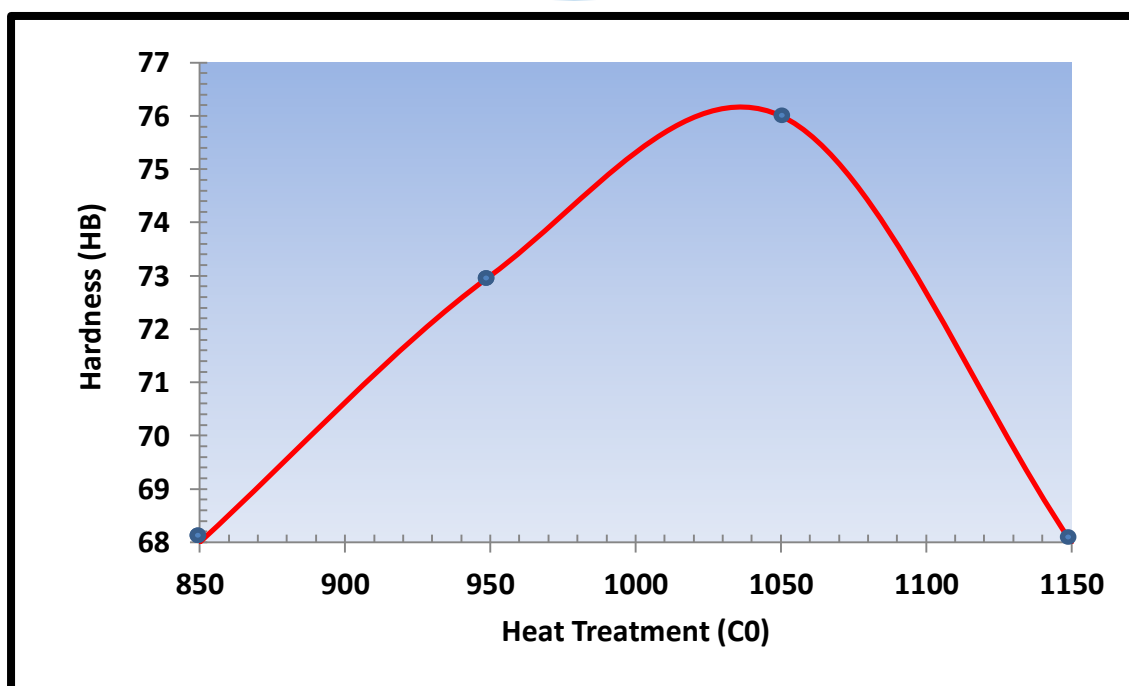
(1050 °C) -b

(950°C) -a

نجد خلال عملية التبليد وانتشار كبير بين الاطوار والمركبات وتحسين مميز في الخواص الميكانيكية والفيزيائية مع ارتفاع عمليات التبليد حيث نجد من الشكل (5-a) نجد هنالك بدايات للتأصر والتماسك بين ذرات سطح طبقات الطلاء السيرميتية وعند ارتفاع عمليات التبليد الى (1050 °C) في الشكل (5-b) نلاحظ انتشار وبشكل كبير وبيني (Enter diffusion) لجميع اجزاء الاسطح السيرميتية مع ظهور القليل من العيوب السطحية وشبه انعدام للتشققات للأنخلاعات (Disagreements) وبذلك نجد ان احسن معاملة حرارية هي (1050°C)، ولزمن ساعة واحدة حيث تعطي تلك السبكة مواصفات وخصائص ميكانيكية وفيزيائية جيدة.

4.3 نتائج صلادة برينل:

من نتائج صلادة برينل لطبقات الطلاء السيرميتية وعند مسافة الرش التي تم الاعتماد عليها (16 Cm)، نلاحظ أن أفضل قيمة للصلادة كانت قيمتها هي $H_B (76.2)$ عند درجة تبليد (1050°C) وشكل 6 يبين علاقة قيم الصلادة مع درجات التبليد المختلفة.



شكل 6: علاقة الصلادة مع المعاملة الحرارية.

وبشكل عام نجد أنه كلما كانت عملية التلييد بدرجة حرارية منخفضة كانت قيم الصلادة البرينيلية قليلة وحتى الوصول لدرجة الانصهار للمواد المستخدمة ومن الشكل اعلاه نجد افضل صلادة هي عند معاملة (1050 °C) حيث استمرت القيم بالصعود حتى عند هذه المعاملة وبعدها انخفضت قيمتها [10].

5. الاستنتاجات:

ان الاستنتاج المهم في البحث الحالي هو امكانية اجراء الرش الحراري باللهب للمساحيق المذكوره حيث تم الحصول على مسافة الرش المثلى (16cm)، تحسن كبير في الخواص الفيزيائية والميكانيكية لطبقة الطلاء عند تلييد ب (°C) 1050 ولزمن (1hr) و ظهور العديد من الاطوار المختلفة عند زيادة المعاملات الحرارية حيث استطعنا تشخيصها عن طريق حيود الاشعة السينية، تتحسن الصلادة لتصل الى 76.2HB عند معاملة حرارية (°C) 1050 وتتنخفض عند الزيادة بعد المعاملة الحرارية و إن احسن عملية تلييد هي عند (°C) 1050 ولزمن ساعة واحدة حيث تعطي هذه السبيكة مواصفات جيدة.

المصادر:

- [1] Salih Y. Darweesh, et al., "*The Effect of Some Physical and Mechanical Properties of Cermet Coating on Petroleum Pipes Prepared by Thermal Spray Method.*", Journal of Failure Analysis and Prevention, 19, 6, 1726 (2019).
- [2] S. Y. Darweesh, "*Study of physical properties of Cermet coating layers (Al₂O₃+ ZrO₂+ Ni-Al) prepared by flame thermal spray technology.*", Master Physics, University of Tikrit, Collage of Education for Pure science, 30, (2014).
- [3] Salih Y. Darweesh, Ismael K. Jassim, and Amer SH Mahmood. "*Characterization Of Cerment Composite Coating Al₂O₃-Ni System.*", Journal of Physics: Conference Series. 1294(2), IOP Publishing, (2019).
- [4] Ahmed Abd Razzaq, "*The Effect of Laser And Thermal Treatment on the Hardness and Adhesion Force on the Cermet Coating By Thermal Spray Technique.*", Iraqi Journal of Physics (IJP), 17, 42, 85 (2019).
- [5] Salih Y. Darwe, Zuheer N. Majeed, and Ashwaq T. Dahham, "*Improving the Durability of Streak and Thermal Insulation of Petroleum Pipes by Using Polymeric Based Paint System.*", Baghdad Science Journal, 17, 3 (2020).
- [6] Bridget Gibson, et al., "*Atomic spectrometry update. Review of advances in the analysis of metals, chemicals and functional materials.*", Journal of Analytical Atomic Spectrometry, 29, 11, 1969 (2014).
- [7] F. Gärtner, et al., "*Mechanical properties of cold-sprayed and thermally sprayed copper coatings.*", Surface and Coatings Technology, 6770-6782, 200, 24 (2006).
- [8] Sameen F Mohammed, and Salih Y. Darweesh, "*Effect of Thermal Treatment on Some Physical and Mechanical Properties of Cermet Coating by Flame Spraying*



Technology.", Journal of University of Babylon for Pure and Applied Sciences, 269, 26, 7 (2018).

- [9] Hameed H. Ahmed, et al., "*Processing of Turbine Blades Using Cermet Composite Materials.*", Journal of Failure Analysis and Prevention, 1-8 (2020).
- [10] O. P. Oladijo, et al., "*X-ray diffraction measurement of residual stress in WC-Co thermally sprayed coatings onto metal substrates.*", Surface and Coatings Technology, 206, 23, 4725 (2012).