

## دراسة تأثير المعاملة الحرارية لمتراكب سيرميتي محضر بطريقة الرش الحراري باللهب

سفيان حواس حميدي\*

**المخلص:** تم استخدام تقنية الرش الحراري باللهب في إنتاج مادة مركبة ذات أساس من الزركونيا نسبة 25% مقواه بدقائق سيراميكية 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 (16) سم. اختبارات الصلادة تم إجراؤها على طبقة المادة المركبة المنتجة لدراسة تأثير تغير مسافة الرش على خواص الطبقة الناتجة. تم إجراء المعاملة الحرارية على العينات عند  $1050,900^{\circ}\text{C}$  لمدة ساعة. أكدت نتائج الاختبارات بأن أفضل مسافة رش (16cm) والمعاملة الحرارية ( $1050^{\circ}\text{C}$ ) حيث لهما تأثير كبير في تحسين خواص طبقات المادة المركبة المنتجة خاصة الصلادة.

مفاتيح البحث: المواد المركبة، المواد الهندسية، تقنيات الطلاء.

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

S.H. Hameedi

**Abstract:** Flame thermal spraying technology was used in the production of 25% zirconia composite material with 25% alumina ceramic thickness with 50% Al-Ni alloy base on 316L alloy steel base. In a method of roughing the granular. Spraying was carried out using a spray distance (16 cm). Hardness tests were carried out on the composite material layer produced to study the effect of changing spray distance on the properties of the resulting layer. The thermal treatment was performed on the samples at  $1050,900^{\circ}\text{C}$  for an hour. The results of the tests confirmed that the best spraying distance (16 cm) and the thermal treatment ( $1050^{\circ}\text{C}$ ) have a significant effect on improving the properties of the layers of the composite material produced especially hardness.

**Keywords:** Composite Materials , Material Engineering, Spray Techniques.

## المقدمة

تعد عمليات الرش الحراري واحدة من أهم عمليات الطلاء الغطائي للمواد الهندسية بسبب امكانياتها التكنولوجية على انتاج طلاءات بسمك أكبر من (50µm) وبأداء عال لمدى كبير جداً من مواد الطلاء وعلى أسطح مختلفة ولمختلف التطبيقات الصناعية [1]. احتلت تقانات الرش الحراري مكانة متقدمة في عمليات الطلاء، إذ تسمح باستخدام مدى واسع من المواد ابتداءً من المواد ذات درجات الانصهار الواطئة وحتى المواد ذات درجات الانصهار العالية، والمواد المركبة لغرض الحصول على خواص فيزيائية وميكانيكية جيدة للطلاء. كما تعد واحدة من أهم الوسائل المستخدمة صناعياً في عمليات الأكساء السطحي للمتطلبات الصناعية خاصة في طلاء القطع الكبيرة وبكفاءة ومعدلات ترسيب عالية [2]. إن خواص المادة تعطي خواص أولية لغرض التنبؤ بسلوكها تحت شروط أو تطبيقات معينة، من هنا يمكن اختيار المادة التي يمكن طلاؤها، وتحديد خواصها سواء أكانت فيزيائية أم ميكانيكية، ويمكن استخدام بعض المركبات للطلاء كخليط أو بصورة منفردة. وفي تكنولوجيا هندسة السطوح عموماً تستخدم ميزة الطلاءات لتقليل الكلفة للمركبات في الخدمة وذلك لتميزها بخدمة مقبولة للأداء وتقليل الكلفة بمرور الزمن، مقاومة البلى والتآكل للسطح المحدد، إعادة الجزء المتآكل من السطح للخدمة، معالجة التآكل الميكانيكي كالتنقر مثلاً (Pitting) [3]. أما في مجال تأثير المعاملة الحرارية (Heat Treatment) على طبقة الطلاء ودراسة التغيرات التي تحدث فيها فقد توجّه العديد من الباحثين على استخدام المعاملة الحرارية المناسبة لخفض نسبة المسامية، ولزيادة الترابط الكيميائي بين طبقات الطلاء والقاعدة، في حين ذهب الآخرون على استخدام قصف سطوح طبقات الطلاء بشعاع الليزر وبقدرات مختلفة لغرض إعادة صهر طبقات الطلاء (Remelting) وبالتالي اختزال قيم المسامية لدرجة كبيرة وتحسين الخواص الميكانيكية لطبقات الطلاء [4].

## الجزء العملي

### 1- المواد الأولية المستخدمة

تم استخدام مادة رابطة مصنعة من شركة (Castolin+Eutectic) سويدية الصنع تعمل على توليد مناطق تفاعلات كيميائية التي تتألف من سبيكة (Ni-Al) وبحجم حبيبي (75-100µm)؛ وذلك لمقاومتها الجيدة للتأكسد عند الدرجات الحرارية العالية، وإلى تجانس انصهارها وقوة تلاحق جيدة مع القاعدة الأساس (Substrate). وكما تم استخدام مسحوق الألومينا المصنعة من شركة (Metco) كمادة أساس (Matrix) وبحجم حبيبي (70-100µm)، الذي يمتاز بخصائص عزل جيدة فضلاً عن مقاومته للبلى (Wear) عند الدرجات الحرارية العالية ويمتلك درجة حرارة انصهار (2050°C) وهو من نوع (α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). تم قياس الحجم الحبيبي لمادة الطلاء بطريقة ثانية هي التحليل بالمناخل (Sieving Analysis) المصنعة طبقاً للمواصفات الأمريكية (ASTM) فكانت مقارنة النتائج. إن هذه الحجوم الحبيبية هي كافية للانصهار في جهاز الرش الحراري بهذا الحجم الحبيبي، ومسحوق الزركونيا تم استخدامه بنسب مختلفة وذلك لزيادة تثبيت طور الألومينا وعدم تشققها عند تحولها من طور إلى آخر وبحجم حبيبي (75µm) والمصنعة في شركة (Metco). والزر كونيما المستخدمة تمتلك ثلاثة أطوار هي (-Tetragonal-Monoclinic-Cubic) مع درجة انصهار (2080°C).

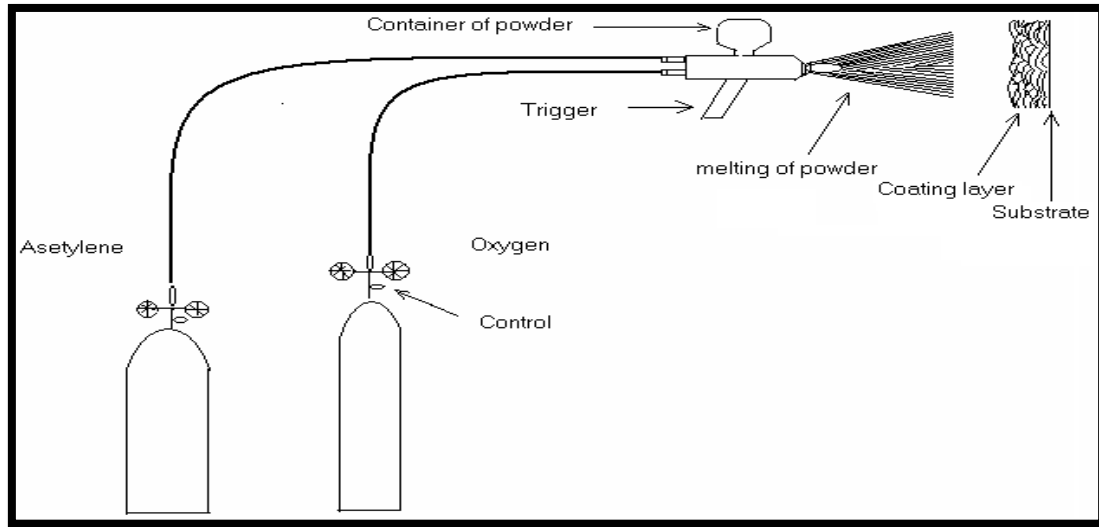
### 2- طريقة التحضير

تم استخدام سبيكة من الفولاذ المقاوم للصدأ (Stainless steel) نوع (316L- AISI)، وذلك نظراً لاستخدام هذه السبيكة في كثير من التطبيقات الهندسية التي تتطلب خواص ميكانيكية وحرارية جيدة عند ارتفاع درجات الحرارة فضلاً عن مقاومتها الجيدة للتأكسد. تم تقطيع هذه السبيكة المذكورة على

شكل أقراص بقطر (21 mm) وسمك (3 mm), فبعد أن يتم تقطيع وتنعيم السبيكة إلى الأبعاد المطلوبة المناسبة لوضعها في حامل العينات، يتم غسلها بالكحول لإزالة الدهون، أو أي ملوثات أخرى مع مراعاة عدم مسكها باليد طوال مدة التحضير. تم استخدام طريقة التسنين لغرض زيادة خشونة سطح القواعد. بعد الإنتهاء من عملية تخشين أسطح القواعد تنظف العينات ثانية لتلافي تلوثها. إن أهم المتغيرات لمعاملات الرش التي يتم الإعتماد عليها لتحديد نوع الطلاء هي المسافة بين مسدس الرش والقواعد، وزاوية الرش، وخشونة طبقة القواعد، وسمك طبقة الطلاء. الجدول (1) يوضح أهم معاملات عملية الرش (Spraying process porameters) التي تم الحصول عليها من خلال التجارب العملية. تمت عملية الطلاء على العينات المحضرة باستخدام طريقة الرش الحراري بواسطة اللهب (Thermal Spray Process by aflame) وقد استخدمت هذه الطريقة في طلاء جميع العينات المحضرة في هذه الدراسة والشكل (1) يوضح منظومة الرش باللهب. تم تحضير المركبات السيرميتية من أخذ (Ni - Al) وبنسبة وزنية مقدارها % (50)، وتمت إضافتها إلى مسحوق المادة الأساس من الألومينا ( $Al_2O_3$ ) التي بنسبة % (25) مع نسبة % (25) من مسحوق ( $ZrO_2$ ) وذلك لزيادة تثبيت طور الأولومينا. بعد ذلك تم خلط المزيج بصورة جيدة من خلال استخدام خلاط كهربائي لمدة (1hr)، وذلك لغرض الحصول على خليط متجانس. ثم أجريت معاملة حرارية أولية لمساحيق المواد المركبة السيرميتية قبل عملية الطلاء عند درجة حرارة ( $150^\circ C$ ) لمدة (30 min)، وذلك باستخدام فرن كهربائي ألماني المنشأ يحتوي على مسيطر حراري.. إن الغاية من إجراء المعاملة الحرارية قبل عملية الطلاء هي تجفيف دقائق المساحيق من تأثير الرطوبة، وبالتالي ستكون الدقائق بحالة لدونة جيدة، تكون مؤهلة لإنتاج طلاءات ذات قوة تلاحق جيدة مع المادة الأساس. تم الإعتماد على إضافة مسحوق مادة رابطة بنسبة وزنية % (50)، وذلك لإرتفاع نسبة المسامية والعيوب السطحية عند إضافة مادة رابطة بنسبة أعلى أو أوطأ من % (50) [5].

الجدول (1): معاملات عملية الرش الحراري لتحضير المادة المركبة السيرميتية ( $Ni-Al + ZrO_2 + Al_2O_3$ )

OXY – Acetylene Mixing	4 / 0.7
Spraying Distances	(12,14,16,17,18,20) cm
Thickness Coating	$1.35 \pm 0.15$ mm
Flame spray temp	$\approx (3000)^\circ C$
Particle size of powder	(75-100) $\mu$ m
Coating Time	(1-2) min
Time between two spray prosses	5 sec



الشكل (1): مخطط يوضح منظومة الرش باللهب

تمت عملية الرش من مسافات مختلفة لدراستها وملاحظة أفضل مسافة للرش أثناء الطرق المتبعة لهذا النظام، حيث تم الرش على مسافات (12,14,16,17,18,20)cm وتمثل المسافة إحدى معالم عملية الرش حيث وجد أن أفضل مسافة للرش هي 16cm وذلك من خلال ملاحظة فحص الأشعة السينية والصلادة، أما زاوية الرش فقد كانت (90°). بعد ذلك عوملت العينات حرارياً عند (900°C) و(1050 °C) ولفترة زمنية مقدارها ساعة واحدة فقط. ومواد الطلاء قد تكون على شكل مسحوق أو قضيب سيراميك أو سلك أو مواد منصهرة [6]. أما زاوية الرش فقد كانت (90°). من الممكن ملاحظة أن أقصى قدر من الكفاءة يتم الحصول عليه عند زوايا الرش التي تتراوح بين (80°) و (90°) بالنسبة للنحاس، وبين (70°) و (90°) بالنسبة للنتيتانيوم. [7]

### 3- الفحوصات والقياسات العملية

#### أولاً: فحوصات الأشعة السينية

لقد اعتمد فحص الأشعة السينية (XRD) وذلك لتحديد طبيعة البنى البلورية للنماذج المدلنه فقد تم استخدام جهاز حيود الأشعة السينية نوع (SHIMADZU) وبالمواصفات الآتية:  
الأشعة المستخدمة هي (Cu-K $\alpha$ ) ذات طول موجي (1.54060°A) وبسرعة مسح (5deg/min).

#### ثانياً: فحوصات المجهر الضوئي

تم فحص اسطح النماذج المحضرة بأخذ صورة ضوئية بواسطة مجهر الكتروني ضوئي مزود بكاميرا فيديو لغرض التصوير وتتصل بالمجهر حاسبة ذات شاشة لعرض الصور الناتجة.

#### ثالثاً: قياس الصلادة

لغرض قياس صلادة النماذج المصنعة تم اعتماد طريقة الارتداد باستخدام جهاز الصلادة المبرمج سويدي المنشأ نوع (Proceq Equotip 2). ولقياس صلادة أي نموذج تم أخذ خمس قراءات في مناطق مختلفة بحيث تشمل كامل السطح الذي تم تهيئته لهذا الغرض. وتظهر قراءة معدل قيم الصلادة بشكل مباشر على شاشة الجهاز. يمتلك الجهاز إمكانية تحويل قيم الصلادة من طريقة إلى أخرى بشكل مباشر. وقد تم برمجة الجهاز ليعطي رقم الصلادة البرينيلية التي تم اعتمادها في هذا

البحث. ويبين الجدول (2) أهم خصائص الجهاز المستخدم. ويمكن حساب صلادة برينل (HB) من المعادلة التالية [8]:

$$HB = F / \left( \frac{1}{2} \right) \pi D (D - \sqrt{D^2 - d^2}) \text{ (kg. f) / mm}^2 \quad \text{1-3).....(}$$

D=قطر الكرة (ملم) و d=قطر الاثر الدائري (ملم) و F=الحمل الذي تكون وحداته في اختبار الصلادة كغم. قوة (kg.f) حيث ان: 1kg=9.8N (نيوتن)  
الجدول (2): أهم خصائص جهاز الصلادة المستخدم

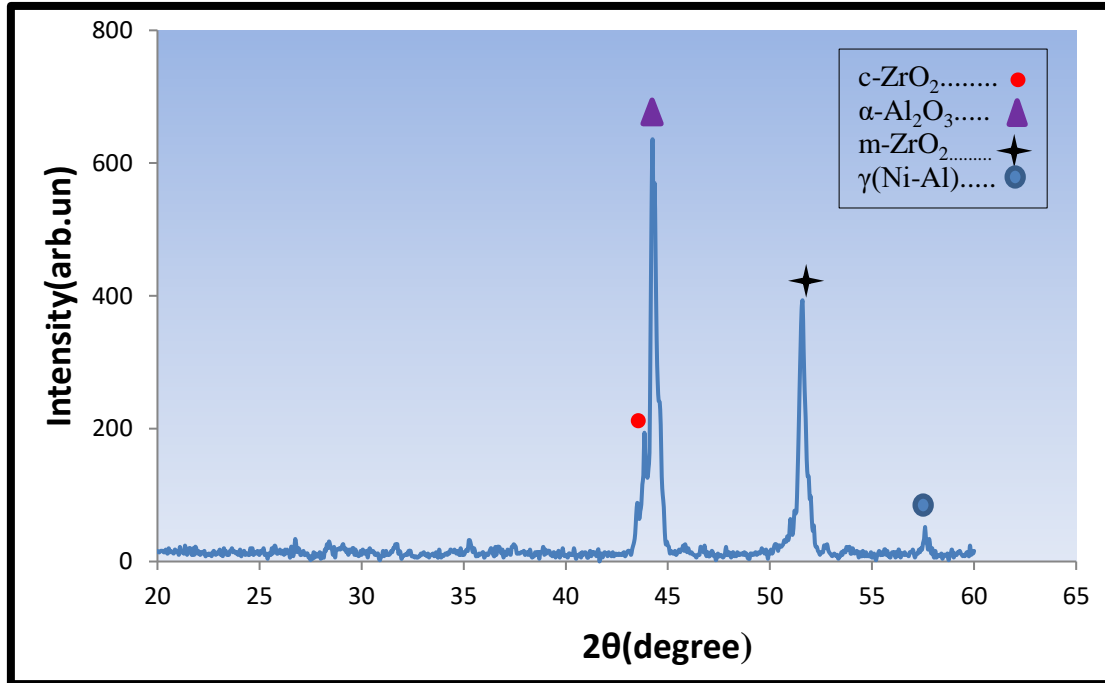
NO	Title	Values
1	Maximum Hardness	940 HV
2	Impact Energy	11 Nm
3	Mass of Impact Body	5.5 g
4	Diameter Test Tip	3 mm
5	Diameter Impact Device	20 mm
6	Length Impact Device	150 mm

وقد تم قياس الصلادة في عدة مناطق مختلفة من العينة، فقد أخذت الصلادة على الأطراف وفي المركز للحصول على قيم تقريبية لمعدل الصلادة، وكانت النتائج متقاربة جدا دلالة على تجانس السطح وخلوه من العيوب الداخلية كالفجوات والمسامات.

#### 4-النتائج والمناقشة

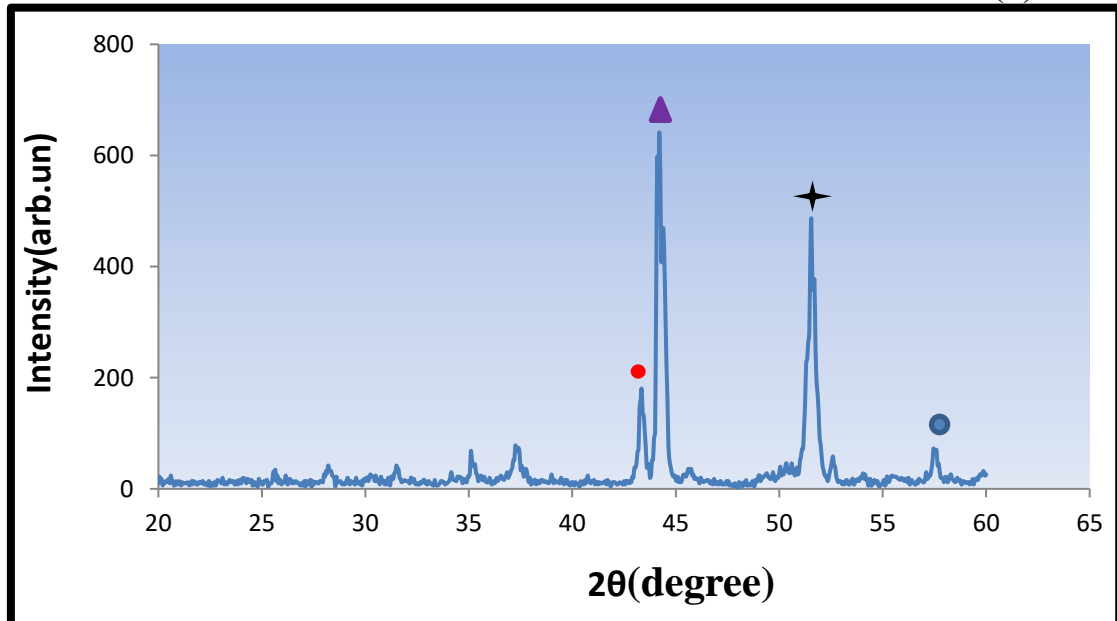
##### 4-1 فحوص حيود الأشعة السينية

تعدّ دراسة عينات البحث بوساطة حيود الأشعة السينية من الوسائل المهمة للتعرف على طبيعة وتركيب المادة المستخدمة في عملية الرش الحراري أولاً، ومراقبة التغيرات الطورية التي تحدث عليها ثانياً. تمّ دراسة البناء البلوري والتغيرات الطورية على مادة الطلاء الأساس عند إجراء عملية الرش وكذلك بعد معاملتها حرارياً والمعاملة بالليزر. حيث يلاحظ من الشكل أدناه أن النوع المستخدم في عملية الرش الحراري كان ألومينا من نوع (α) أي (α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) وهو ثلاثي التركيب (Trigonal)، ومن المادة الرابطة (Ni-Al) المتكون من طور (FCC) γ. وذلك من خلال مقارنة النتائج مع الجداول القياسية الأمريكية (A.S.T.M) Materials و جداول حيود المساحيق، حيث يلاحظ ظهور قمتين متداخلتين عند الزاوية (2θ=44) وهما من طورين (α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) مع (c-ZrO<sub>2</sub>). الشكل (2) يبين نتائج الفحص بالأشعة السينية لمسحوق المادة السيرميتية قبل الطلاء (Ni-50% (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)+25% (ZrO<sub>2</sub>)+25% (Al



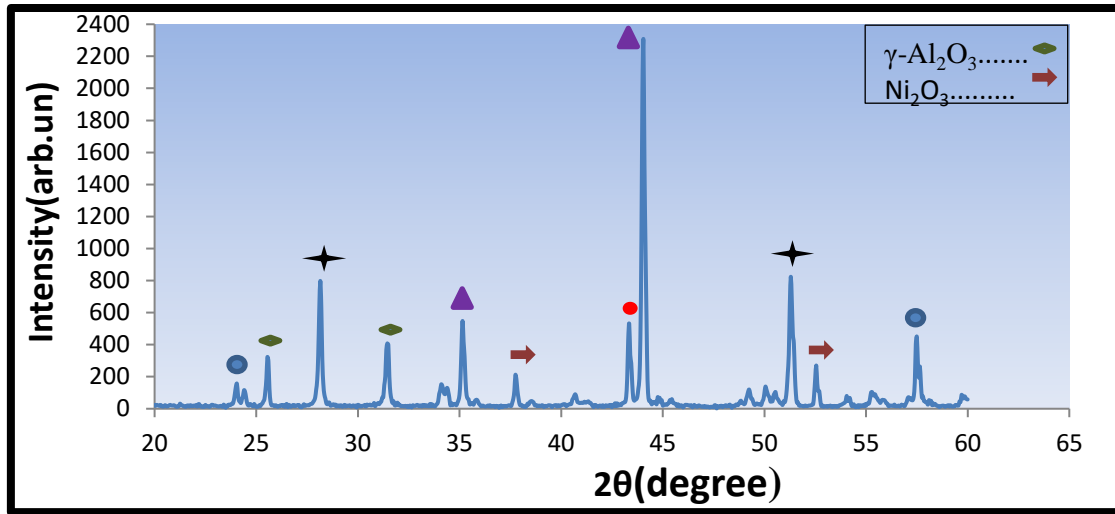
الشكل (2): حيود الأشعة السينية لمسحوق الطلاء السيراميكي  
 50% (Ni-Al)+25% (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)+25% (ZrO<sub>2</sub>) قبل إجراء عملية الطلاء

بعد إجراء المعاملة الحرارية على العينات المرشوشة عند درجة (900 °C) ولمدة نصف ساعة لوحظ زيادة في النمو البلوري من خلال الزيادة في الشدة إضافة إلى تكون قمم أخرى جانبية سوية بشدة أكبر دلالة على تجانس طبقات الطلاء وخلوها من العيوب إضافة إلى ظهور أطوار نمو عند إزالة أغلب العيوب والإجهادات السطحية بسبب تحسن الخواص الفيزيائية لطبقات الطلاء كما موضح بالشكل (3) ادناه.



الشكل (3): حيود الأشعة السينية لطبقة الطلاء بعد المعاملة الحرارية  
 عند (900 °C) ولمدة ساعة

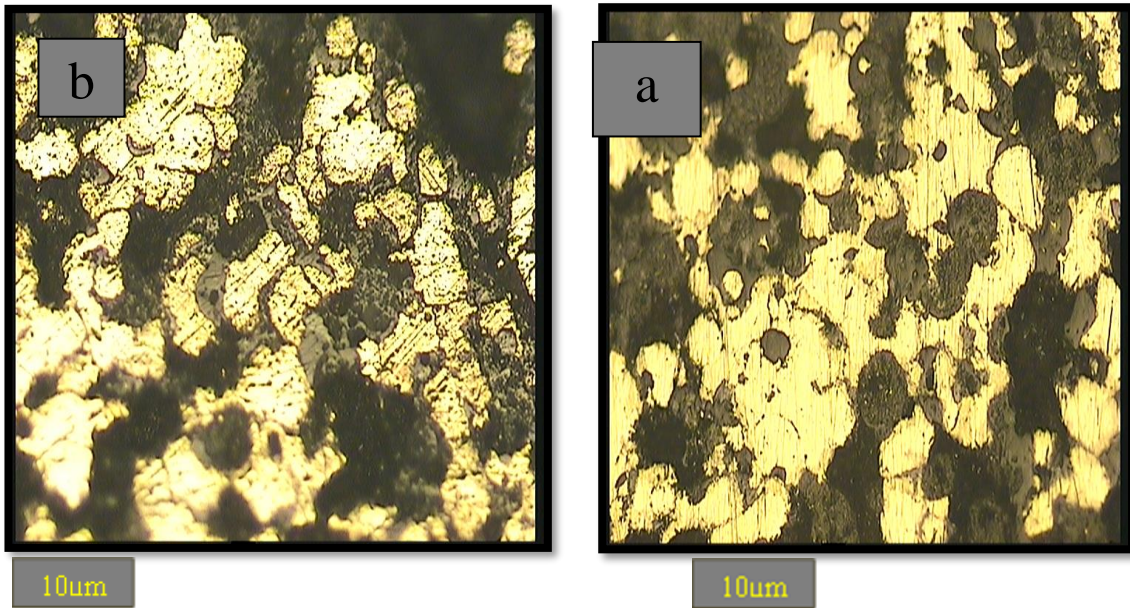
أما عند إجراء المعاملة الحرارية على العينات المرشوشة عند درجة حرارة (1050 °C) وللفترة الزمنية نفسها لوحظ زيادة كبيرة في النمو البلوري مع ظهور بعض القمم الأخرى دلالة على حدوث انصهار وتجانس بالأطوار للعناصر مما أدى إلى ظهور هذه القمم مما يدل على قلة المسامية وحدث انصهار تام وتجانس بين مكونات المادة السيرميتية المنصهرة وهذا مطابق لنتائج الاختبارات المجهرية والفيزيائية المستحصلة من الطبقات السيرميتية. الأطوار الناتجة تم تحديدها تماما بعد مقارنة قيم المسافة بين المستويات البلورية (d) مع القيم النموذجية لبطاقة (ASTM) وهي موضحة في الشكل (4) كما نلاحظ من الشكل ازدياد قيم الشدة عند الموقع الزاوي (2θ=44), (2θ=52) للطورين α (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) مع m (ZrO<sub>2</sub>) على التوالي وظهورهما بصورة واضحة دلالة على الانصهار والتداخل التام بينهما مما تسبب في زيادة قوة التلاصق والصلادة الميكانيكية وانخفاض قيم المسامية والعيوب السطحية.



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

#### 4-2 نتائج فحص المجهر الضوئي

تم إجراء المعاملة الحرارية على العينات عند درجات حرارة مختلفة (1050, 900) °C وزمن قدره (ساعة), والموضحة بالإشكال (b - a/5) للبنية المجهرية لطبقة الطلاء عند المعاملة الحرارية. لوحظ وجود بنية مجهرية متجانسة وواضحة المعالم لمكونات طبقة الطلاء السيرميتية وهناك تداخل وانتشار واضح بين مكونات طبقات الطلاء السيرميتية.



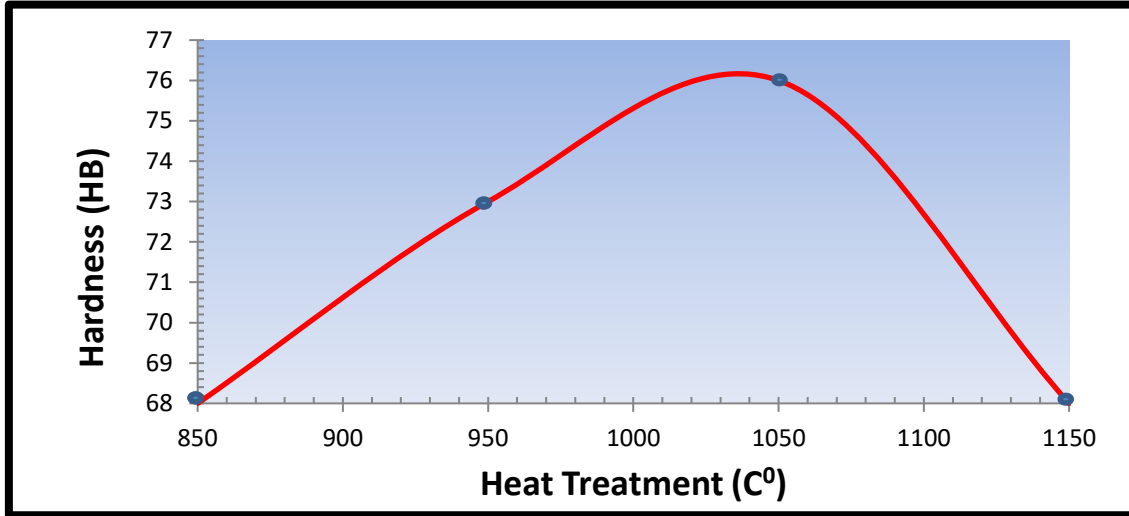
الشكل (5): التركيب المجهرى للعينات بعد إجراء المعاملات الحرارية عند: a - (900 °C) - b (1050 °C)

نلاحظ حصول عمليات التلييد والانتشار لطبقة الطلاء وتحسن في الخواص الفيزيائية بازدياد درجة الحرارة حيث نلاحظ من خلال الشكل (4 - 2 - a) نلاحظ بداية تجانس وتشابك (تأصر) بين مكونات السبيكة السيرميتية أما عند المعاملة الحرارية (1050°C) نجد هنالك تداخلاً بينياً (Enter diffusion) كاملاً وتجانساً واضحاً وعدم ظهور عيوب سطحية و انخلاعات بالإضافة إلى العيوب الأخرى المتمثلة بالمسامية والتشققات وبذلك يتبين إن أفضل معاملة حرارية كانت عند (1050 °C) ولمدة ساعة إذ تعطي هذه السبيكة خصائص مميزة جداً.

#### 3-4 نتائج صلادة برينيل

من خلال استعراض النتائج لقيم الصلادة للعينات عند مسافة الرش التي تم الاعتماد عليها (16 Cm), نلاحظ أن أفضل قيمة للصلادة كانت قيمتها مساوية لـ HB (76) عند المعاملة (1050 °C) والشكل (6) يوضح علاقة الصلادة مع المعاملة الحرارية المختلفة.





الشكل (6): علاقة الصلادة مع المعاملة الحرارية

يلاحظ من الشكل أعلاه عندما تكون المعاملة الحرارية قليلة فإن قيمة الصلادة تكون قليلة ومن ثم تزداد الصلادة إلى أفضل قيمة عندما كانت المعاملة الحرارية (1050 °C) ومن ثم تبدأ الصلادة بالانخفاض.

#### 5- الاستنتاجات:

- 1- مسافة الرش المثلى (16cm).
- 2- تتحسن خواص طبقة الطلاء بعد إجراء المعاملة الحرارية عند (1050 °C) خلال (1hr)
- 3- ظهور أطوار جانبية ناتجة من تأثير المعاملة الحرارية تم تشخيصها بصورة دقيقة من خلال حيود الأشعة السينية.
- 4- تتحسن الصلادة لتصل إلى 76HB عند معاملة حرارية (1050 °C) وتنخفض عند الزيادة بعد المعاملة الحرارية.
- 5- إن أفضل معاملة حرارية كانت عند (1050 °C) ولمدة ساعة إذ تعطي هذه السبيكة خصائص مميزة جداً.

#### المصادر:

- [1] د. إسماعيل خليل جاسم وآخرون, "تأثير مسافة الرش على خواص طبقة الطلاء", مجلة الهندسة والتكنولوجيا, المجلد 23, العدد 5, 2004.
- [2] فرمان, أنوار خالد, "دراسة الخواص الفيزيائية لطبقات الطلاء السيرميتية المنتجة من (Ni-Al + Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) بطريقة الرش الحراري", أطروحة دكتوراة, الجامعة المستنصرية, كلية العلوم, 2005.
- [3] الجبوري, محمد عجمي عبد, "تأثير المعاملة الحرارية على خواص طبقات الطلاء (Al-Ni) المحضرة بطريقة الرش الحراري", رسالة ماجستير, جامعة تكريت, كلية التربية, 2011.
- [4] د. إسماعيل خليل جاسم وآخرون, "دراسة تأثير المعاملات الحرارية على الخواص الكهربائية والمسامية لطبقات طلاء المؤلفات السيرميتية المحضرة بطريقة الرش الحراري", مجلة الفيزياء, جامعة بغداد, 2004.

- [ 5 ] D.H. James, J.Mechanical working Technology,vol.10,p.(221).(1984).
- [ 6 ] International Thermal Spray Association, USA,(2012).
- [ 7 ] M. Chaithanya ,“ proceeding and characterization of Nickle –  
Aluminide coating on Metal substrates”, Master thesis , National  
Institute of technology , Mechanical engineering , Rourkela ,(2007).
- [8] دائرة هندسة المواد والمعادن, جامعة البلقاء التطبيقية,(2004). الحيدري , جعفر, "اختبارات المواد الهندسية"