

طراحی و ساخت مشعل پلاسمایی برای لایه نشانی آلومینا به روش اسپری پلاسمایی

صمد سبحانیان*⁺

گروه فیزیک، واحد تبریز، دانشگاه آزاد اسلامی، تبریز، ایران

چکیده: امروزه لایه نشانی مواد رسانا و دی الکتریک برای تغییر و بهبود سطح کاربردهای زیادی پیدا کرده است. یکی از روش‌های رایج برای لایه نشانی مواد دیرگداز مانند اکسیدهای آلومینیم، تیتانیوم و سیلیس استفاده از جت پلاسمای تولید شده در مشعل پلاسمای می باشد. در این پژوهش پس از شرح مختصر در مورد ویژگی‌های مشعل پلاسمای طراحی و ساخته شده نتیجه‌های اولیه کارکرد آن در لایه نشانی آلومینا با استفاده از گازهای کاری نیتروژن و اکسیژن ارایه می شود. بررسی ریخت شناسی سطح‌های لایه نشانی شده توسط میکروسکپ الکترونی جارویی و همچنین طیف‌های پراش پرتو ایکس نمونه‌ها تشکیل لایه‌های آلومینا در اندازه‌های میکرو و نانو را تأیید می کنند. ویژگی‌های لایه نشانی نانو پودر آلومینای گاما بر روی دو نوع زیر لایه از جنس فولاد ضد زنگ و شیشه پیرکس به روش اسپری پلاسمایی مورد بررسی قرار گرفت. ویژگی‌های ریخت شناسی و تغییرهای فازی آلومینا بر روی دو جنس متفاوت زیر لایه با بررسی شکل‌های میکروسکوپ الکترونی جارویی و همچنین طیف‌های پراش پرتو ایکس مورد مطالعه قرار گرفت. نتیجه‌ها نشان می دهند، آلومینای گاما در اثر گرما مشعل پلاسمایی به نوع آلفا تغییر فاز داده است. همچنین میزان نشست ذره‌ها در زیر لایه فولاد بیش تر از مورد پیرکس می باشد.

واژه‌های کلیدی: مشعل پلاسمایی؛ لایه نشانی؛ آلومینا.

KEYWORDS: Plasma torch; Alumina; Film deposition.

مقدمه

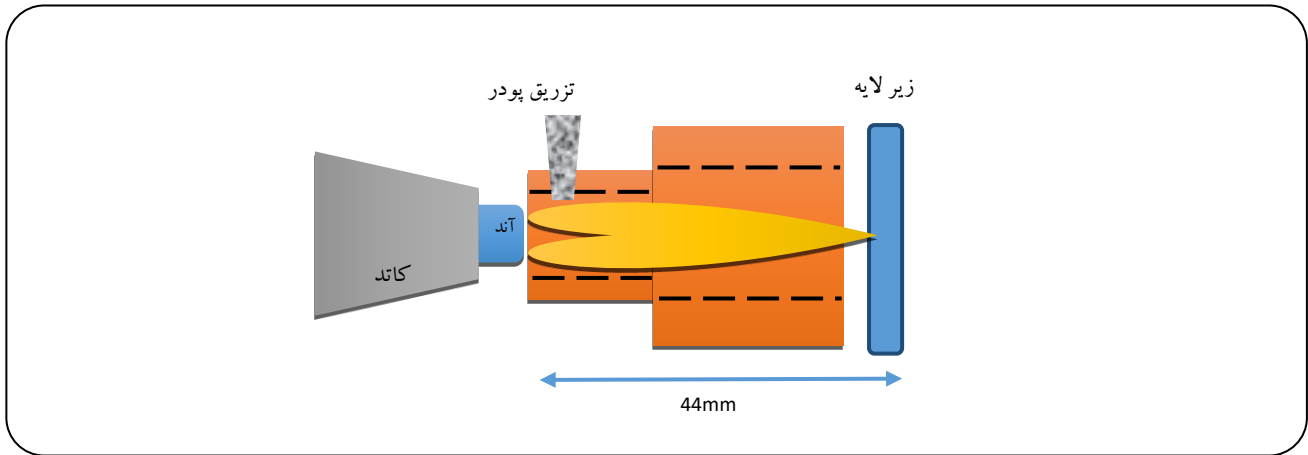
تغییر سطح با لایه نشانی فیلم‌های نازک کاربردهای صنعتی و پژوهشی زیادی را پیدا کرده است [1]. در روش کندوپاش پلاسمایی به طور معمول از پلاسمای دما پایین که توسط چشمه های DC و یا RF تولید می شوند استفاده می شود. با توجه به کاربردهای روز افزون مواد دیرگداز نظیر اکسیدهای آلومینیم و تیتانیوم استفاده از مشعل‌های پلاسمایی رایج شده است. در این دستگاه‌ها پلاسمای از فشار اتمسفری توسط تخلیه الکتریکی مستقیم یا RF تولید شده و به طور معمول دماهای بالایی (۱۵۰۰۰K) دارند [۲]. در نتیجه از این سامانه‌ها می توان در لایه نشانی اکسیدهای دیرگداز نظیر TiO_2

و SiO_2 استفاده کرد [۳-۵] در این روش ماده مورد اسپری وارد جت پلاسمای دما بالا شده و بعد از ذوب شدن روی زیر لایه نشاندگی می شود. طرح‌واره یک سامانه مشعل برای اسپری پلاسمایی در شکل ۱ نشان داده شده است.

آلومینیم اکسید با هیدروکسیدزدایی از هیدروکسیدهای آلومینیم به دست می آید. با توجه به دماهای هیدروکسیدزدایی، تعدادی ساختار بلوری واسطه به وجود می آید که هر یک دارای ساختار بلوری متفاوت و پایدار در بازه‌ی دمایی ویژه‌ای هستند. نوع یا ساختار آلومینا و بازه‌ی دمایی وجود آن توسط ساختار

*عهده دار مکاتبات

+E-mail: sobhanian@tabrizu.ac.ir



شکل ۱- طرحواره مشعل پلاسمایی.

بر حسب dkg/s قطر آند بر حسب متر و T_f دمای متوسط پلاسمای خروجی بر حسب درجه کلون می‌باشند. با به کار بردن $G=0.024 kgs$ ، $I=60 A$ و $d=10^{-3}m$ برای دمای T_f مقداری معادل $2544K$ به دست می‌آید.

بخش تجربی

در این پژوهش از نانو پودر آلومینای نوع گاما با درجه خلوص بیش از ۹۹ درصد و میانگین اندازه بلوری ۲۰ نانومتر تولیدی توسط شرکت US Research Nanomaterials, Inc.USA استفاده شد. همچنین، مساحت سطح ویژه نانو پودر مورد استفاده بیش از $138 m^2/g$ می‌باشد. ویژگی‌های کامل نانو پودر آلومینای نوع گامای ۲۰ نانومتری در سایت شرکت یاد شده قابل دسترس است.

ثابت بودن سرعت ریزش پودر در لایه نشانی با اسپری پلاسمایی اهمیت زیادی دارد. با ثابت نگه داشتن ولتاژ کار واریاک سامانه ویراتور روی ۲۴ ولت و اندازه گیری وزن پودر ریخته شده در مدت یک دقیقه و فشار چهار بار (bar)، آهنگ تکرار روند سرعت تزریق پودر به طور میانگین $3 g/min$ به دست آمد.

فولادهای ضدزنگ دارای مقدارهای چشمگیری کروم می‌باشند. هنگامی که فولاد ضدزنگ، بریده یا خراش داده می‌شود، کروم موجود در سطح آن سریعاً اکسید شده و فیلم نازک اکسید، ناحیه صدمه دیده را ترمیم می‌کند. به دلیل همین ویژگی خود ترمیمی آنرا فولادزنگ نزن می‌نامند. در این پژوهش برای یکی از جنس‌های زیر لایه از فولاد ضدزنگ آستنیتی^(۲) ۳۰۴ استفاده شده است.

در پژوهش حاضر با توجه به این که گرمای مشعل پلاسمای

هیدروکسید آغاز کننده تعیین می‌شود و برای هیدروکسیدهای گوناگون، متفاوت است. این ساختارهای کریستالی را فازهای آلومینا می‌نامند و بر اساس حروف یونانی نام‌گذاری شده‌اند [۶]. فاز نهایی گذارهای گرمایی آلومینای گاما آلومینای نوع آلفا است که با نام تجاری کوراندوم نیز مشهور است [۷].

کوراندوم پس از الماس به خاطر پیوند کوتاه وقوی اکسیژن-آلومینیوم سخت‌ترین ماده معدنی طبیعی است. با توجه به اهمیت لایه نشانی آلومینا در کاربردهای دمای بالا بر روی سطح‌های گوناگون و قطعه‌های کاری [۸، ۹]، در این پژوهش ویژگی‌های لایه نشانی برای دو جنس فولاد ضد زنگ^(۱) و شیشه از جنس پیرکس در یک فاصله مشخص از برابر نازل مشعل پلاسمایی بررسی شده است. ویژگی‌های ظاهری و همچنین تغییرهای فازی آلومینا بر روی دو جنس متفاوت از زیر لایه با بررسی شکل‌های میکروسکوپ الکترونی جاروبی SEM و همچنین پراش پرتو ایکس (XRD) مورد مطالعه قرار می‌گیرد.

برای ذوب آلومینا باید دمای پلاسمای بالاتر از دمای نقطه ذوب آلومینا باشد. با در نظر گرفتن مشکل‌های مربوط به اندازه‌گیری دقیق دمای شعله پلاسمای می‌توان نتیجه‌های ترموکوپل برای دمای شعله جت پلاسمای را با استفاده از روش تخمینی آکدوغان و همکاران [۱۰] تا حدی تأیید کرد. بر طبق روش یاد شده دمای پلاسمای در خروجی نازل را می‌توان از فرمول نیمه تجربی زیر تخمین زد:

$$T_f = (I^2/Gd)^{0.225}$$

در اینجا I جریان پلاسمای بر حسب آمپر، G آهنگ شارش گاز ورودی

(۱) Stainless steel

(۲) Austenitic



شکل ۳- جزئیات سر الکتروود نازل.



شکل ۲- نمای کلی دستگاه مشعل پلاسمایی

این گازها توسط تنظیم کننده فشار به حدود ۴ بار تنظیم می‌شود. آهنگ شارش گاز به داخل سامانه حدود $G = 0.024 \text{ kg/s}$ بود. آلومینا و سایر پودرها با یک کیف مرتعش (ویبره) با آهنگ ثابت به درون جت پلازما تزریق شد. نمایی از شکل کلی مشعل و جزئیات مربوط به ساختار داخلی سر نازل در شکل‌های ۲ و ۳ نشان داده شده اند.

پلازما بین دو الکتروود آند و کاتد در گاز کاری که در این پژوهش عبارت از نیتروژن و اکسیژن بود، شعله پلازما از درون نازل آند به بیرون هدایت داده می‌شود. با توجه به دمای بالای پلاسمایی ایجاد شده جداره محفظه نازل آند، با آب خنک می‌شود. در مسیر خروجی پلازما دقیقاً در ابتدای نازل آند و دهانه خروجی کاتد پودر آلومینا وارد پلازما می‌شود. این پودر در درون پلازما به دمای بالا رسیده و پس از ذوب شدن بر روی زیر لایه مستقر در جلوی نازل، انتقال داده می‌شود.

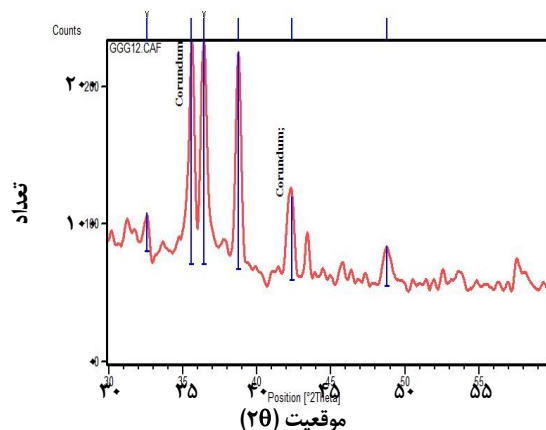
برای انجام لایه نشانی در هوا در جلو نازل پلازما، زیر لایه در فاصله ثابت ۴۴ میلی متری از دهانه نازل بر روی پایه‌ای قرار داده شده، سپس شیر کپسول گاز اکسیژن باز و فشار گاز ورودی به مشعل با فشار سنج مربوطه به فشار ۴ بار تنظیم می‌شود. کلید مشعل پلاسمایی استارت زده می‌شود تا جت پلازما به وجود آید و به‌طور هم‌زمان دستگاه کیف مرتعش محتوی پودر آلومینا نیز روشن می‌شود. تا عمل تزریق پودر در مدت ۳۰ ثانیه به داخل شعله پلازما انجام شود. بدین ترتیب پودر پس از ذوب به روی سطح نمونه زیر لایه انتقال داده می‌شود.

منجر به ترک برداشتن و سرانجام شکسته شدن شیشه معمولی می‌شد از جنس پیرکس برای زیر لایه جهت لایه نشانی پودر آلومینا استفاده شد. به دلیل شکننده بودن شیشه پیرکس در مقابل گرمای خیلی زیاد و همچنین شکننده بودن در برابر برخورد تراشه‌های جدا شده از الکتروودها، نیاز بود از اندازه کوچک زیر لایه استفاده شود. همچنین زمان لایه نشانی محدود به ۳۰ ثانیه شود تا از احتمال شکستن شیشه کاسته شود.

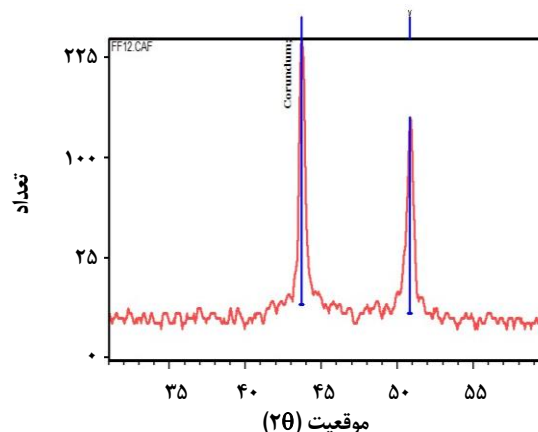
نخست ورقه‌هایی از جنس فولاد و شیشه پیرکس در اندازه‌های حدود 15×15 میلی متر و در ضخامت‌های ۲ میلی متر برای فولاد و $1/5$ میلی متر برای شیشه پیرکس از هر کدام سه نمونه در نظر گرفته شدند. برای لایه نشانی بهینه، سطح فولاد با استفاده از سمباده نمره ۵۰۰ صیقل داده شد و سپس سطح‌های فولاد و شیشه با استفاده از مواد شوینده و الکل اتانول و آب مقطر، چربی زدایی و تمیزکاری شدند تا سرانجام پس از خشک شدن، آماده لایه نشانی شوند.

روش

در این پژوهش جهت پاشش نانوپودر آلومینا و یا آلومینیوم از یک سامانه مشعل پلازما در هوا طراحی و ساخته شده در دانشگاه آزاد اسلامی واحد تبریز استفاده شده است. این دستگاه از یک منبع تغذیه با توان 3.6 kW و $I = 60 \text{ A}$ و بدنه اصلی شامل الکتروودها و نازل و کیف مرتعش تشکیل شده است. الکتروودها با جریانی از آب خنک می‌شوند تا از خوردگی و ساییدگی آن‌ها در اثر شار گرمایی بالا خودداری شود. از نیتروژن و اکسیژن به عنوان گازهای کاری استفاده می‌شود. فشار



شکل ۵ - طیف XRD برای نمونه با زیر لایه شیشه پیرکس.



شکل ۴ - طیف XRD برای نمونه با زیر لایه فولاد ضد زنگ.

نتیجه‌ها و بحث

پرتونگاری پراش پرتو ایکس XRD نمونه‌های لایه نشانی شده در دانشگاه صنعتی سهند تبریز انجام گرفت. و نتیجه‌های به‌دست آمده با استفاده از نرم افزار XPert High Score مورد تحلیل قرار گرفت. طیف‌های XRD برای زیرلایه‌های فولاد ضد زنگ و شیشه پیرکس به ترتیب در شکل‌های ۴ و ۵ نشان داده شده‌است. تعداد شمارش‌ها در زیر لایه فولاد ضد زنگ به تقریب دو برابر مورد زیر لایه شیشه پیرکس هست. همچنین، در زیر لایه شیشه پیرکس افزون از کوراندوم (آلمینای نوع آلفا) ترکیب‌های دیگر آلومینیوم اکسید نیز دیده شده‌است.

برای تصویر برداری با دستگاه میکروسکوپ الکترونی جاروبی SEM مدل MIRA3 TESCAN دانشگاه تبریز نمونه‌ها با اندازه‌های ۱۰×۱۰ میلی‌متر برش داده شدند. نتیجه‌های تصویرهای ریخت شناسی ساختار برای زیر لایه فولاد در شکل ۶ و برای زیر لایه پیرکس در شکل ۷ نشان داده شده‌اند. دیده می‌شود، اندازه‌های ذره‌های لایه نشانی شده بر روی هر دو زیر لایه در اندازه نانومتر بوده و برای زیر لایه فولاد ضد زنگ کم‌تر از زیر لایه پیرکس است. انباشتگی در زیر لایه شیشه بیشتر تر به چشم می‌خورد. به طوری که در شکل ۷ قطر ذره مشخص شده به تقریب دو برابر قطر ذره‌های دیگر است.

برای مقایسه ویژگی‌های لایه به دست آمده از اسپری پلاسمایی برای دو زیرلایه فولاد ضد زنگ و پیرکس، نتیجه‌های به‌دست آمده از پراش پرتو ایکس و تصویرهای میکروسکوپ الکترونی در جدول ۱ جمع بندی شده‌است. با مقایسه شدت پیک‌های واقع در زاویه حدود ۴۲ تا ۴۳ درجه دیده می‌شود که میزان نشست ذره‌ها در فولاد

ضد زنگ بیش‌تر از پیرکس می‌باشد. در تحلیل نتیجه‌های پراش پرتو ایکس با نرم افزار XPert High Score معلوم می‌شود که در مورد زیر لایه پیرکس افزون از کوراندوم ترکیب‌های دیگری از آلومینیوم اکسید نیز دیده شده است

در شکل ۸ تصویر میکروسکپ الکترونی مربوط به لایه نشانی نانو آلومینا روی زیر لایه فولاد ضد زنگ نزن با گاز کاری نیتروژن و در شکل ۹ تصویر میکروسکپ الکترونی مربوط به لایه نشانی نانو پودر آلومینیوم فلزی روی زیر لایه فولاد ضد زنگ نشان داده شده‌اند. در آزمایش‌های ما ابعاد متوسط نانو پودرهای آلومینیوم فلزی اولیه تزریقی به جت پلاسمای اکسیژن حدود ۸۰ nm بود. همچنین تصویرهای میکروسکپ الکترونی افزون بر تشکیل ذره‌های میکرو و نانومتری - تشکیل خوشه‌های مجتمع با اندازه‌های ۵۰ - ۱۵ μm را نشان می‌دهند. هیستوگرام‌های مربوط به توزیع ذره‌ها با اندازه‌های گوناگون که با نرم افزار Digimizer رسم شده‌اند در شکل‌های ۱۰ و ۱۱ نشان داده شده‌اند همچنین نتیجه‌ها در جدول ۲ برای سه توان گوناگون مشعل یعنی ۳.۲، ۳.۴ و ۳.۶ کیلووات داده شده‌اند. این هیستوگرام‌ها نشان می‌دهند که متوسط ابعاد دانه‌های تشکیل شده در لایه نشانی با افزایش توان مشعل کاهش می‌یابد.

نتیجه گیری

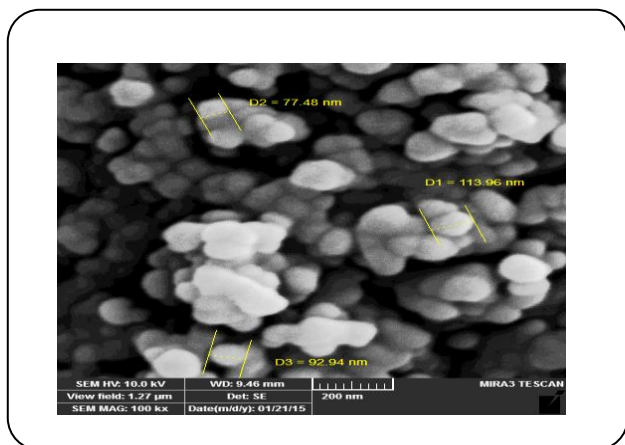
در این پژوهش ویژگی‌های لایه نشانی پودر آلومینای گاما با اسپری پلاسمایی روی زیر لایه فولاد ضد زنگ و شیشه پیرکس بررسی شد. آلومینای گاما در اثر گرما مشعل پلاسمایی به نوع آلفا تغییر فاز داده است. میزان نشست ذره‌ها در زیر لایه فولاد ضد زنگ بیشتر از پیرکس می‌باشد. علت آن می‌تواند

جدول ۱- نتیجه‌های به‌دست آمده از پرتونگاری XRD با استفاده از نرم افزار Xpert.

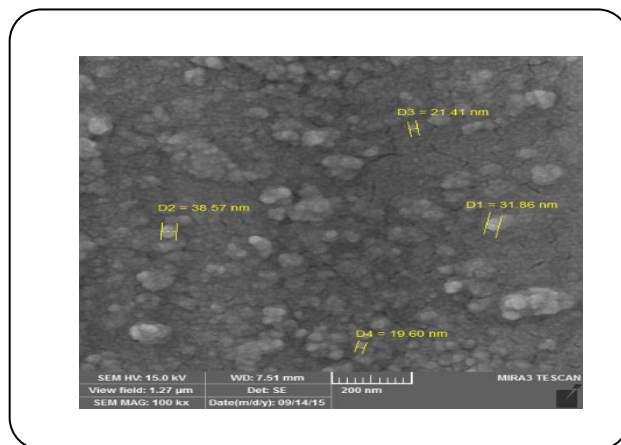
جنس زیر لایه	تعداد شمارش	زاویه پیک (2θ)	فاصله شبکه بلوری [d(A)]	نام ترکیبها	قطر متوسط ذره‌ها nm
فولاد ضد زنگ	۲۴۸	۴۳/۶۹۷	۲/۰۷۱۵	کورانوم	۲۷/۸۳
شیشه پیرکس	۱۲۵	۴۲/۳۵۳	۲/۱۴۴۱	کورانوم اکسید آلومینیوم	۳۲/۸۳

جدول ۲- تغییر اندازه دانه‌ها با توان مشعل

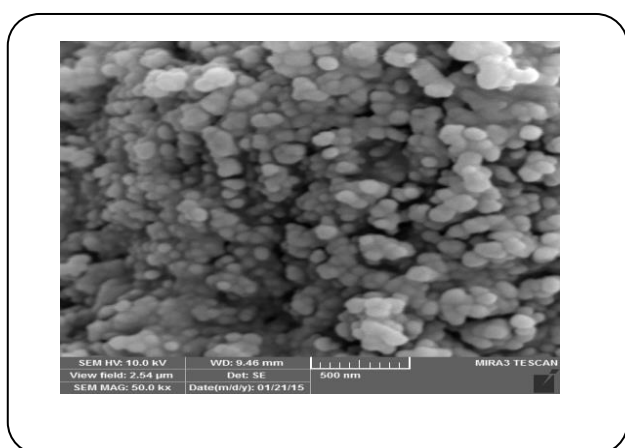
جریان I(A)	۵۵	۵۷	۶۰
ولتاژ (V)	۵۸	۶۰	۶۰
توان (kW)	۳٫۲	۳٫۴	۳٫۶
اندازه متوسط (nm)	۷۹٫۹۵	۷۸٫۶۴	۷۸٫۳۷



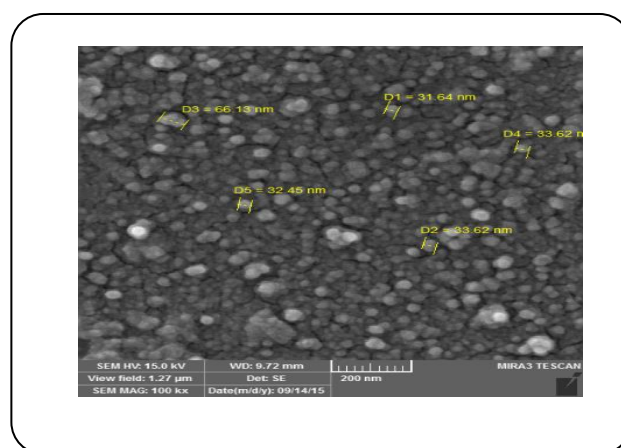
شکل ۸- تصویر میکروسکوپ الکترونی مربوط به لایه نشانی آلومینا با پلاسمای گاز نیتروژن.



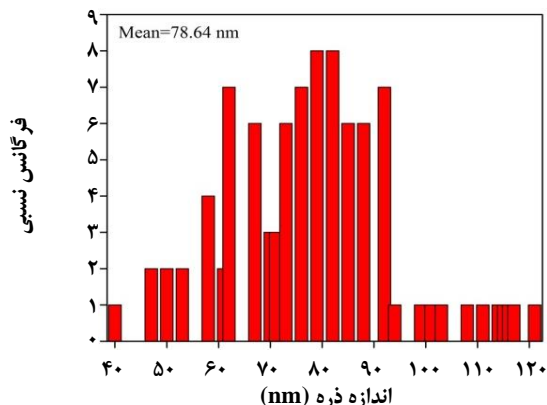
شکل ۶- تصویر ریخت شناسی نمونه با زیر لایه فولاد ضد زنگ با میکروسکوپ الکترونی (SEM).



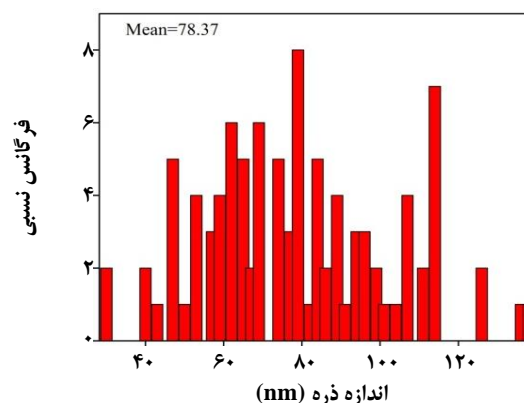
شکل ۹- تصویر میکروسکوپ الکترونی مربوط به لایه نشانی آلومینا با پلاسمای گاز اکسیژن.



شکل ۷- تصویر ریخت شناسی نمونه با زیر لایه شیشه پیرکس با میکروسکوپ الکترونی (SEM).



شکل ۱۱- هیستوگرام توزیع ابعاد دانه های نشانده شده با گاز اکسیژن.



شکل ۱۰- هیستوگرام توزیع ابعاد دانه های نشانده شده با گاز نیتروژن.

قدردانی

این کار پژوهشی با حمایت مالی و معنوی دانشگاه آزاد اسلامی واحد تبریز انجام شده است. نویسنده مراتب قدردانی خود را از معاونت محترم پژوهش و فناوری و کلیه کارشناسان و مسئولان محترم اداره پژوهش این دانشگاه اعلام می‌دارد.

تاریخ دریافت: ۱۳۹۸/۱/۱۰؛ تاریخ پذیرش: ۱۳۹۸/۴/۱۰

به خاطر ویژگی‌های آمورفی و ترکیب‌های سازنده شیشه باشد. به طوری که میزان هسته سازی و رشد لایه در زیر لایه شیشه پیرکس کم‌تر از فولاد ضد زنگ است. همچنین در حالت استفاده از پودر نانو آلومینیم (به جای پودر نانو آلومینای α و γ) و گاز کاری اکسیژن باز هم لایه آلومینا روی زیر لایه تشکیل می‌شود. معلوم شد که اندازه‌های دانه‌های نشانده شده با افزایش توان مشعل کاهش می‌یابد.

مراجع

- [1] ReecRoth J., "Industrial Plasma Engineering", IOP Publishing: London (2001).
- [2] Hippler R., Pfau S., Schmidt M., Schoenbach K.H. (Editors), "Low Temperature Plasma Physics (Fundamentals Aspects and Applications)", Wiley-VCH; Berlin (2001).
- [3] Gadow R., Keru F., Killinger A., Manufacturing Technology for Nanocomposite Ceramic Structured Materials and Coatings, *Material Science and Engineering*, **B148**: 58-64 (2008).
- [4] Vijay M., Selvarajan V., Yugeswaran S., Ananthapadmanabhan P.V., Sreekumar K.P., Effect of Spraying Parameters on Deposition Efficiency and Wear Behavior of Plasma Sprayed Alumina-Titania Composite Coatings, *Plasma Science and Technology*, **11(6)**: 666- 674 (2009).
- [5] Wanga Qi Min B., Gong Jun., Suna C., Woo Leeb H., Kwang H. K., ZrO₂ and Y₂O₃-Stabilized ZrO₂ Coatings Deposited Using an Arc Ion Plating Technique, *Journal of Ceramic Processing Research*, **12**: 259-264 (2011).
- [6] Souza Santos P., Standard Transition Aluminas. Electron Microscopy Studies, *Materials Research*, **3(4)**: 104-114 (2004).
- [7] Kasprzyk – Hordern B., Chemistry of Alumina, Reactions in Aqueous Solution and Its Application in Water Treatment, *Advances in Colloid and Interface Science*, **110**: 19-48 (2004).

- [8] Ching W.Y., Ouyang L., Rulis P., [A Initio Study of the Physical Properties of \$\alpha\$ -Al₂O₃: Lattice dynamics, Bulk Properties, Electronic, Bonding, Optical Properties, and ELNES/XANES spectra](#), *Physical Review*, **B78**: 1325- 1338 (2008).
- [9] Das S., “[Study of Plasma Spray Alumina-Aluminide Composite Coating on Metals](#)”. Ph.D. Thesis Rourkela, India, (2007).
- [10] Akdogane E., Cokelier D., Valicius V., Valatkevicius P., [A New Method for Immunosensor Preparation: Atmospheric Plasma Torch](#), *Surface Coat.Technol.*, **201**: 2540-2546 (2006).