



Title	Struktur der Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Schichten nach dem Gas Tunnel Plasma-Spritzgerät(Physics, Process, Instrument & Measurement)
Author(s)	Arata, Yoshiaki; Habara, Yasuhiro; Kurihara, Setsu et al.
Citation	Transactions of JWRI. 1987, 16(2), p. 255-258
Version Type	VoR
URL	<a href="https://doi.org/10.18910/5410">https://doi.org/10.18910/5410</a>
rights	
Note	

*The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA*

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

The University of Osaka

# Struktur der $\text{Al}_2\text{O}_3$ Schichten nach dem Gas Tunnel Plasma-Spritzgerät<sup>†</sup>

Yoshiaki ARATA\*, Yasuhiro HABARA\*\*, Setsu KURIHARA\*\*\* und Akira KOBAYASHI\*\*\*\*\*

## Auszug

*Im Vergleich zum bisherigen Plasma Spritzgerät kann das Plasma-Spritzgerät des Gas-Tunnel-Type Schichten mit guter Qualität der Härte und Porosität produzieren, weil es die sprühenden Partikel mit sehr hoher Temperatur und hoher Geschwindigkeit ausstossen kann. In unserem Aufsatz untersuchten wir die Struktur der  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Schichten, die wir mit dem oben genannten Plasma-Spritzgerät erforschten. Auf der Oberfläche der  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Schichten die vom Gas Tunnel-Type Plasma-Spritzgerät produziert werden, gibt es Schichten, deren Härtegrade hoch sind. Wir machten die Strukturanalyse der härtenden Schichten des  $\text{Al}_2\text{O}_3$  durch die X-Strahlen-Diffraktionsmethode.*

**KEY WORDS:** (Gas Tunnel) (Plasma Spritzen) ( $\text{Al}_2\text{O}_3$  Schicht) (Hochqualitäts-Schicht) (X-Strahl Diffraction)

## 1. Einleitung

Die für die Spritzschichten nötigen besonderen Eigenschaften sind in manchen Fällen Dichtigkeit der Partikel und deren enger Zusammenhang. Dafür sind eine vollständige Verschmelzung der sprühenden Partikel und eine Beschleunigung mit hoher Geschwindigkeit erforderlich. Die beiden Faktoren haben aber zwei sich gegenseitig widersprechende Seiten. Die Spritzschichten neigen zur unvollständigen Verschmelzung, wenn Sie mit hoher Geschwindigkeit behandelt werden, verkürzt sich der Aufenthalt in den Plasmaflammen. Deshalb besteht die beste Bedingung aus dem Kompromiß zwischen den beiden Faktoren, so daß ihr Bereich sehr eng ist, und es ist zu bedenken, daß es schwer ist, die Bedingung zu bestimmen.<sup>1)</sup>

Das Plasma Spritzgerät des Gas-Tunnel-Typs produziert einen Gas-Tunnel mit niedrigem Vakuum in der Nähe der Zentralachse des Gerätes, aufgrund der vielen symmetrisch strudelnden Gasströme, die durch die strudelbildende Düse in die Fackel ausströmen. Wenn man in der Unterführung den Plasma-Plasmastrahl ausbrechen läßt, bleibt er in der Stabilität noch länger als der bisherige Plasma Strahl, damit man einen Plasma Strahl mit hoher

Temperatur und hoher Energie erzielt.<sup>2-4)</sup>

Das in einem langen Plasma-Strahl fliegende sprühende Pulver wird im Vergleich zum bisherigen sprühenden Gerät sehr hoch erhitzt und damit zum schnell beschleunigten sprühenden Partikel, weil es lange mit hoher Temperatur heiß gemacht wird. Die sprühenden Partikel bilden den Überzug, indem sie mit der Oberfläche der Materie und der aufbauenden Schicht (build-up layer) zusammenstoßen. Die geformte aufbauende Schicht der Porosität bildet sich, indem die vollständig verschmelzten Partikel mit hoher Temperatur sehr schnell zusammenstoßen. Deswegen verstärkt sich die Haftfähigkeit der sprühenden Partikel zur Materie und die Verbindungskraft zwischen den Partikel in höherem Maße als beider bisherigen  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Spritzschicht.

Die Struktur des  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Spritzschichten nach dem Plasma Spritzgerät des Gas-Tunnels ist u.E. nicht so sehr vom fliegenden Prozeß der Sprühenden Partikel im Plasma Strahl beeinflusst, sondern vielmehr vom Haftungs-Prozeß und vom darauf folgenden Prozeß der Kühlung und des Festwerdens.<sup>5, 6)</sup>

In unserer Untersuchung stellten wir die  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Spritzschicht durch das Plasma Spritzgerät des Gas-Tunnel-Typs

<sup>†</sup> Received on Nov. 4, 1987

\* Professor

\*\* Research Student

\*\*\* Graduate Student

\*\*\*\*\* Research Instructor

Transactions of JWRI is published by Welding Research Institute of Osaka University, Ibaraki, Osaka 567, Japan

her und machten seine Strukturanalyse. In den Spritzschichten betrachten wir die festgebundenen Schichten der Zweigstruktur. Die Strukturanalyse dieser Schichten machten wir durch die X-Strahlen-Diffraktionsmethode und die Bildzerlegung mittels eines Elektron-Mikrographs. Die Schätzung der Härte erforschten wir nach der Prüfungsmethode der Micro Vickers Härte.

## 2. Die Methode des Experiments

In der Abb. 1 zeigt sich die Skizze des Plasma Spritzgerätes des Gas-Tunnel-Typs. Von diesem Spritzgerät haben wir in der letzten Abhandlung ausführlich berichtet. Die Bedingung des Sprühens zeigt sich in der Tabelle 1. In unserem Experiment gebrauchten wir die  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Pulver von 99.5%  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , Pulverdurchmesser von  $10 \sim 40 \mu\text{m}$ . Als Hauptmaterie wurden die Bretter von SUS304 (2.0mm dick, 25mm breit und 50mm lang) gebraucht, deren Oberfläche mit dem Sandstrahl-Gebläse behandelt war. Das Plasma Spritzgerät des Gas-Tunnel-Typs wurde festgelegt und die Hauptmaterie legten wir parallel zum Apparat in jeder Distanz des Sprühens ( $L = 50, 80, 110 \text{ mm}$ ) fest und ließ en sie durchkreuzen. Die Durchkreuzung wurde einmal mit Geschwindigkeit 2.8m/min durch-

Plasma Spritzgerät

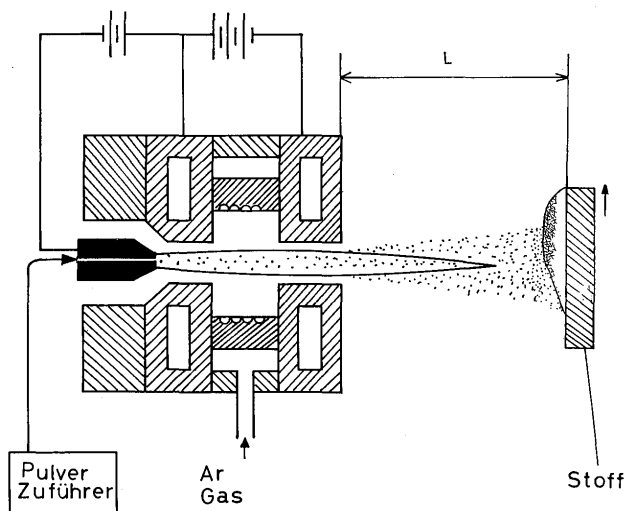


Abb. 1 Schema des Gas Tunnel Plasma-Spritzgerätes des Schnittes der Spritzschicht

Tabelle 1 Plasma Spritzen

Current	300 A
Spannung	127 V
Arbeits Gas (Ar)	200 l/min
Pulver Senden-Rate	120 g/min
Träger Gas (Ar)	10 l/min
Spritzdistanz	50, 80, 110 mm

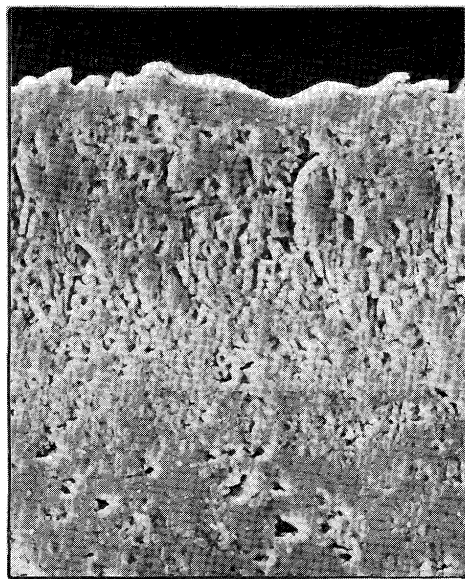
geführt. Zugunsten der Schätzung der Härte der vom Sprühen hergestellten Schichten vermaßen wir sie mit dem Micro Vickers Härtenapparat. Um die Verbreitung der fest gebundenen Schichten zu prüfen, vermaßen wir die durchschnittliche Härte  $H_v$ , indem wir den Härtegrad in der Lage von 10 Punkten vermaßen, wobei das Lastgewicht 100g und die Lastzeit 15s in Richtung der Schichtsdicke gestellt wurden.

Für die Strukturanalyse der Oberfläche der  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Spritzschicht wurde die X-Strahl Diffraktionsmethode gebraucht. Das Muster der X-Strahl Diffraktion der Überzugoberfläche wurde vom X-Strahl Diffraktionsmesser vermessen. Als Röntgen-Strahlenquelle benutzten wir Cu und vermaßen das Muster aufgrund der elektrischen Rohrspannung 40kV und des Rohrstroms 20mA. Vom Muster der X-Strahl Diffraktion, welche wir durch den Gebrauch der ASTM-Karte erhielten, machten wir die gleiche Vermessung von  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  und  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  des Spritzschicht  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Die Struktur des Schichtsnchnitts betrachteten wir mit Bildzerlegungen des Elektron-Mikrographs.

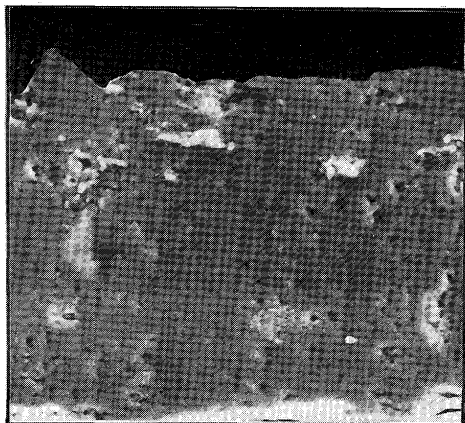
## 3. Die Resultate des Experiments

Abb. 2 (a), (b), (c) zeigt die Bilderlegungen des Elektron Mikrographs des Schichtsnchnitts, der durch die  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Pulver mit jeder Spritzdistanz von  $L = 50, 80, \text{ und } 110 \text{ mm}$  sprühend gemacht wurde. In diesem Fall beträgt die Schichtdicke getrennt  $180 \mu\text{m}, 125 \mu\text{m}, 90 \mu\text{m}$ . Der Einsatz des Plasma Strahls ist auf jeden Fall  $P = 38 \text{ kW}$ . Es kann gedacht werden, daß die Bilder des Schichtsnchnitts der Spritz-Schichtsnchnitt sei, auf den sich die sprühenden Partikel durch die plötzliche Kühlung und Kondensation nach und nach aufhäufte. Weil die Kühlungsgeschwindigkeit durch den Zusammenstoß verschmelzender Partikel, das Verflachen und die Spätere Kondensation sehr groß wird, und weil von daher jeder sprühende Partikel im Kondensationsprozeß ohne Einmischung selbständig besteht, so daß er einen anderen Charakter hat als die verbrannte Materie.<sup>1)</sup>

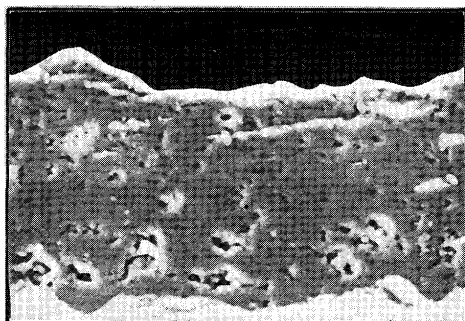
Dazu erkennt man, daß sich die Spritzdistanz des Bildes von  $L = 80 \text{ mm}$  und  $110 \text{ mm}$  Schichtsnchnitt ihre Porosität je nach dem Grad der Annäherung verbessert. Im  $L = 50 \text{ mm}$  Bild des Schichtsnchnitts bildet die untere Schicht neben der Hauptmaterie die Aufbau-Schicht mit dem Angehäuft der sprühenden Partikel gleich wie der Spritz von  $L=80 \text{ mm}$  und  $110 \text{ mm}$ , aber die Zweigstruktur betrachtet man in der Oberfläche des Schicht von der mittleren bis zur oberen Schicht. Die Ursache ist zu bestimmen, ob entweder die wegen der Nähe der Spritzdistanz aufgehäufte Aufbau-Schicht noch heißer gemacht, dadurch verschmelzt und wiederum geronnen wurde, oder



(a)

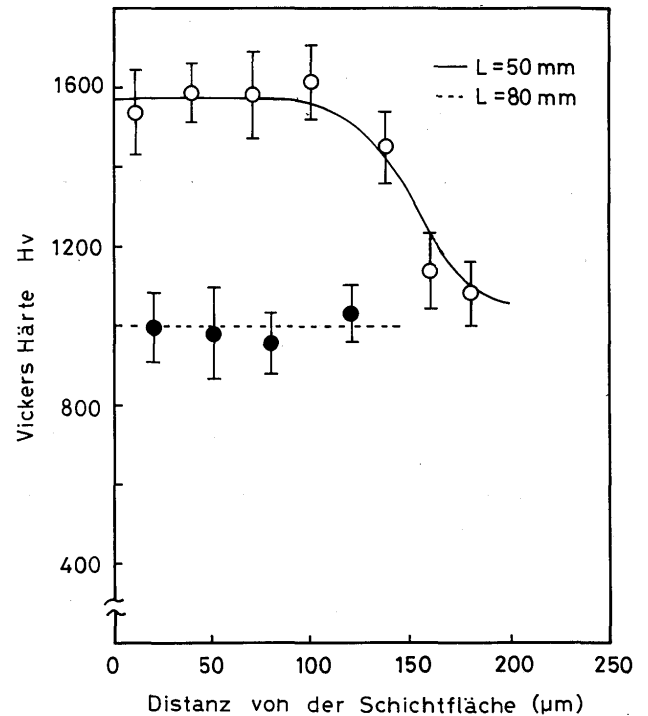


(b)

(c) 50  $\mu\text{m}$ Abb. 2 Bildzerlegungen des Elektron-Mikroskops des Schnittes des  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Spritzschicht.(a):  $L=50\text{mm}$ , (b):  $L=80\text{mm}$ , (c):  $L=110\text{mm}$ 

ob die Spritzpartikel der sprühenden  $\text{Al}_2\text{O}_3$  auf der Hauptmaterie ihre Kühlungsgeschwindigkeit verringerten.

Bie Abb. 3 zeigt sich der besondere Charakter der Micro Vickers Härte in Richtung con Dicke des Spritz-

Abb. 3 Charakter der Vickers Härte in Richtung con Dick der  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Spritzschicht

schichtsschnitts der  $\text{Al}_2\text{O}_3$  mit dem Einsatz eines Plasma Strahls  $P = 38\text{kW}$ , der Spritzdistanz  $50\text{mm}$ ,  $80\text{mm}$ ,  $110\text{mm}$ . Im Fall der Spritzdistanz  $L=50\text{mm}$  ist zu erkennen, daß es bei der Oberflächenschicht bis zu  $100\mu\text{m}$  harte Schichten mit der Micro Vickers Härte  $H_v 1600$  gibt. Sie sind zu erkennen als Schichten der Zweigstruktur, die von den Bildzerlegungen des Elektron Mikrophot mit der Spritzdistanz  $L=50\text{mm}$  beobachtet wurden, wie in der Abb. 2. Der Wert in der Nähe der unteren Schicht ist  $H_v=1100$ , und die Härte in der Richtung der Schichtdicke ist konstant. Im Fall der Spritzdistanz  $L=80\text{mm}$  zeigt sich hingegen die Micro Vickers Härte zur Richtung der Schichtdicke im ungefähr gleichen Wert von  $H_v=1000$ , so daß die Verbreitung der Härte keine Veränderung hat.

In Abb. 4 (a), (b) zeigen wir das Resultat der X-Strahl Diffraktion der Oberfläche der  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Spritzschicht. Das Muster der X-Strahl Diffraktion von (a) ist die Spritzschicht nach der bisherigen Methode. Man erkennt, daß die Schicht aus den zwei Aspekten von  $\alpha$  oder  $\gamma$   $\text{Al}_2\text{O}_3$  besteht. Im Fall, daß man die  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Schicht durch den Plasma Spritz produziert, wird die  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ , die nach dem Sprühen der Schicht die 'meta-stabile Phase' ist, gebildet, obwohl die Spritz pulver die  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  als Rohstoff gebrauchten. Dies geschieht deswegen, weil die kritische freie Energie bei der Gestaltung des Kernes von  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  kleiner ist als die von der  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  um so mehr produziert wird, wenn die Kühlungsgeschwindigkeit von den  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Spritzpartikel schneller ist.<sup>7)</sup> (b) zeigt das Muster der X-

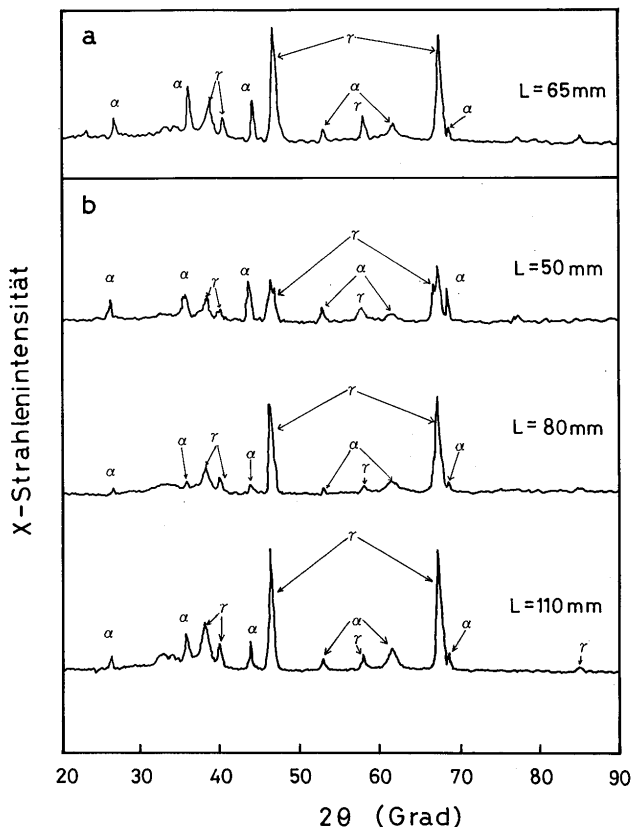


Abb. 4 Muster der X-Strahl Diffraction der  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Spritzschicht  
(a): Normal Typus  
(b): Gas-Tunnel Typus

Strahl Diffraction von der Schichtoberfläche der  $\text{Al}_2\text{O}_3$  mit der Spritzdistanz  $L=50\text{mm}$ ,  $80\text{mm}$  und  $110\text{mm}$ . Das Muster der X-Strahl Diffraction ändert sich nicht so sehr, falls die Spritzdistanz von  $L=80\text{mm}$  zu  $L=110\text{mm}$  gewechselt wird. Im Vergleich zur X-Strahl Diffraction aufgrund der bisherigen Methode ist sie auch nicht leicht zu verändern. Im Fall der Spritzdistanz  $L=50\text{mm}$  ist zu erkennen, daß der Spitzenpunkt von der  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  hingegen verhältnismäßig verkleinert und der Spitzenpunkt von der  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  vergrößert wird. Die Höhe des Spitzenpunktes von der  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  mit (400) Phasen und (440) Phasen, die in  $2\theta=45.9$  und  $67.1$  bestehen, wird rasch verkleinert.

Wir sind der Meinung, daß dieser Fall und der Fall von der Spritzdistanz  $L=50\text{mm}$  in der Abb. 2 die Resultate der Verkleinerung der Kühlungsgeschwindigkeit der verschmelzenden  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Partikel auf der Hauptmaterie sind, weil man die Zweigstruktur durch die Bilderzerlegung des Elektron Mikrophotograph beobachten kann.

Die  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Schichten nach dem Plasma Spritz bestehen aus der  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  Phase und der  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  Phase und ändern sich zur noch stabilen  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  Phase durch die Hitze-Behandlung nach dem Sprühen. Mit dem Plasma Spritzgerät des Gas-Tunnel-Typs kann man eine Spritzschicht

von einer einzigen Phase der stabilen  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  Schicht leicht produzieren, ohne eine Hitze-Behandlung nach dem Sprühen.

#### 4. Schlußfolgerung

Wir haben folgende Resultate erzielt, indem wir die Strukturanalyse der  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Spritzschicht, die vom Plasma Spritzgerät des Gas-Tunnel-Typs produziert wurde, gemacht haben. Bei der Spritzdistanz  $L=80\text{mm}$ ,  $110\text{mm}$  hat die Spritzschicht wenig Porosität in der Schichtstruktur, es gibt aber strukturell keine Änderung im Vergleich zum Spritzgerät nach der bisherigen Methode. Bei der Spritzdistanz  $L=50\text{mm}$  ist es schwer, mit der bisherigen Methode eine Spritzschicht zu formen, trotzdem konnten wir eine  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Spritzschicht des Plasma Spritzgerätes des Gas-Tunnel-Typs produzieren. Die Micro Vickers Härte dieser Spritzschicht ist  $H_v=1600$ . Es ist klar geworden, daß diese Härtenschicht die Spritzschicht ist, die sich währenddessen zur stabilen  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  Phase umgestaltet. Das haben wir durch die X-Strahl Diffraction festgestellt.

#### Danksagung

Diese Arbeit wurde zu einem Teil von einem Forschungsstipendium für Wissenschaftliche Forschung des Ministerium für Erziehung, Wissenschaft und Kultur finanziell unterstützt.

#### Literatur

- 1) K. Takeda; "Grundlagen der Plasma-Spritz-Technik und ihrer Anwendungen", Yoseizugijutsu, 8 (1986) 19–24 (Japanisch)
- 2) Y. Arata und A. Kobayashi; "Entwicklung der Plasma-Düse des Typs Hochleistungs-Gas-Tunnel", J. High Temp. Soc. 12-3 (1985) 124–131 (Japanisch)
- 3) Y. Arata, A. Kobayashi und Y. Habara; "Pressure Distribution and Basic Properties of Gas Tunnel Type Plasma Jet Torch", Trans. JWRI 14-2 (1985) 235–239 (Englisch)
- 4) Y. Arata, A. Kobayashi und Y. Habara; "Basic Characteristics of Gas Tunnel Type Plasma Jet Torch", Japanese. J. Applied Physics, 25-11 (1986) 1697–1701 (Englisch)
- 5) Y. Arata, A. Kobayashi, Y. Habara und S. Jing; "Gas Tunnel Type Plasma Spraying Apparatus", Trans. JWRI. Vol. 15, No. 2 (1987) 55–59 (Englisch)
- 6) Y. Arata, A. Kobayashi und Y. Habara; "Formation des Aluminium-Oxyd ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )-Überzugs mit dem Gas-Tunnel Typ Plasma-Sprühen", J. High Temp. Soc. 13-3 (1987) 116–124 (Japanisch)
- 7) N. Iwamoto, N. Umesaki, S. Endoh und H. Kobayashi; "Bindungs-Haftung der Plasma-Gesprühten Aluminium-Überzüge und die Wirkung der Vor-Behandlung von Metall auf die Haftfähigkeit", J. High Temp. Soc. 12-3 (1986) 130–135 (Japanisch)