

# بررسی تاثیر نوع و نرخ تزریق گاز محافظ داخلی بر خصوصیات ریزساختاری پوشش ZrC اعمال شده با روش پاشش پلاسمایی با غلاف جامد/گاز محافظ (SSPS) و مقایسه با پوشش پلاسمایی اتمسفری (APS)

اکبر اسحاقی، ضیا والفی، ناصر احسانی

تهران، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، مجتمع مواد و فناوری‌های ساخت

(دریافت مقاله: ۱۴۰۱/۰۳/۳۱ - پذیرش مقاله: ۱۴۰۱/۰۸/۲۴)

## چکیده

در این تحقیق پوشش ZrC با روش پاشش پلاسمایی با غلاف جامد و گازهای محافظ (SSPS) با تزریق گاز محافظ داخلی Ar و H<sub>2</sub> با نرخ متفاوت بر روی زیر لایه گرافیتی (دارای پوشش SiC) اعمال شد و کیفیت ریز ساختار پوشش‌های اعمال شده با مقایسه با پوشش پلاسمایی مرسوم (APS) مورد بررسی قرار گرفتند. ابتدا اثر نرخ و نوع گازهای تزریق شده بر ریزساختار پوشش با مطالعه مورفولوژی ذرات در آزمون پاشش تک عبور بررسی شدند و همچنین ریزساختار و فازهای موجود در پوشش‌ها به همراه درصد تخلخل و مقدار اکسید آن‌ها ارزیابی گردیدند. با مقایسه تصاویر سطح و سطح مقطع پوشش‌ها، نتایج نشان می‌دهند پوشش اعمالی با روش SSPS و با تزریق گاز هیدروژن داخلی با نرخ 20 l/min به درون غلاف، میزان ذرات ذوب شده / اسپلت‌ها و پهن شدگی آنها در این پوشش افزایش و مقدار تخلخل موجود در ریزساختار آن بیش از ۵۰٪ نسبت به پوشش APS کاهش داشته است. سوختن هیدروژن با اکسیژن وارد شده به جت موجب مصرف اکسیژن و کاهش مقدار آن و تشکیل مقدار اکسید (۵۰٪) کمتر در پوشش و همچنین افزایش گرما و دمای اطراف جت پلاسمای و افزایش میزان ذرات ذوب شده در پوشش ZrC - SSPS شده است.

واژه‌های کلیدی: پاشش پلاسمایی، غلاف جامد و گاز محافظ، پوشش ZrC

## The effect of inner shrouded gases rate on the microstructure of ZrC coating applied by solid shrouded plasma spraying (SSPS) and compared to atmospheric plasma spraying (APS)

Akbar Eshaghi, Zia Valefi, Naser Ehsani

Faculty of Materials & Manufacturing Technologies, Malek Ashtar University of Technology, Tehran, Iran

(Received 21 June 2022, accepted 15 November 2022)

### Abstract

In this study, the effect of injection of argon and hydrogen shielding gases on the properties of ZrC coatings, applied by solid shield plasma spraying (SSPS) and comparison with APS method were investigated. The effect of type and rate of injected gases on the microstructure of the coating were investigated by studying the morphology of the particles in the Single-line scan-spray. Also, the microstructure and phases of the coatings along with their porosity and oxide content were evaluated. The results show that the coating applied by SSPS method and injection of internal hydrogen gas at a rate of 20 l/min leads to an increase in the amount of splats in the coating and a decrease of more than 50% in the amount of oxides and porosity in the microstructure compared to APS coating. The H<sub>2</sub> gas is injected to solid shield burns with O<sub>2</sub> that caused a reduction in the amount of oxides in SSPS coatings and increase the heat and temperature around the plasma jet and increase the amount of molten particles in the coatings.

**Key words:** Plasma spray, Solid shield and Shrouded gas, ZrC coating.

**E-mail of Corresponding author:** akbareshaghi@yahoo.com, Valefi@mut.ac.ir.

## مقدمه

امروزه مواد پایه کربنی از جمله گرافیت به عنوان یکی از مواد برجسته برای استفاده در کاربردهای دمای بالا در صنایع مختلف است که این موضوع به دلیل استحکام به وزن بالا، دانسیته پایین و هدایت حرارتی و مقاومت مناسب آن به شوک حرارتی می باشد [۱ و ۲]. با این حال این مواد از دماهای بالاتر از  $500^{\circ}\text{C}$  و در اتمسفر اکسیدی شروع به اکسید شدن نموده و لذا کاربرد این مواد بیشتر به اتمسفرهای خنثی محدود می شود [۳-۵].

از این رو استفاده از مواد پایه کربنی از جمله گرافیت در کاربردهای دما بالا و در مواجهه با گازهای فرساینده داغ، نیازمند بهبود بخشیدن مقاومت به اکسیداسیون و فرسایش این مواد است [۶ و ۷]. یکی از روش های جلوگیری از اکسیداسیون و بهبود مقاومت به فرسایش مواد کربنی و گرافیت، اعمال پوشش های سرامیکی از جمله  $\text{SiC}$ ،  $\text{ZrC}$ ،  $\text{ZrB}_2$  و برخی دیگر ترکیبات کاربیدی و بورایدی می باشد [۷-۱۰].

اعمال پوشش کاربید زیرکونیم ( $\text{ZrC}$ ) با دمای ذوب بالا (حدود  $3400^{\circ}\text{C}$ )، هدایت حرارتی مناسب، چگالی پایین و ایجاد اکسید  $\text{ZrO}_2$  پایدار با دمای ذوب بالا تأثیر مثبتی در بهبود مقاومت به فرسایش گرافیت در برابر جریان فرساینده با دما و فشار بالا دارد [۴ و ۱۱]. همچنین اعمال پوشش  $\text{SiC}$  به عنوان لایه میانی با روش هایی مانند سمانتاسیون توده ای که به صورت تغییر تدریجی از سطح تا قسمت های داخلی گرافیت تشکیل می شود، موجب کاهش اختلاف ضریب انبساط حرارتی و کاهش تنش حرارتی در پوشش می شود [۱۲].

در بین روش های اعمال پوشش های سرامیکی دمای بالا ( $\text{UHTC}^1$ ) مانند  $\text{ZrC}$  و  $\text{ZrB}_2$  و...، روش پوشش پلاسمایی با برخورداری از جت پلاسما با دمای بیش از  $10000^{\circ}\text{C}$  و انرژی جنبشی بالا (به دلیل ایجاد سرعت بالا در حدود سرعت صوت) و راندمان بالای پوشش دهی

در مقایسه با روش های دیگر همچون روش دوغابی، روش رسوب شیمیایی و فیزیکی از فاز بخار و ... دیگر روش های متداول، روش مناسبی برای اعمال این پوشش های  $\text{UHTC}$  محسوب می شوند [۱، ۶ و ۱۳].

به منظور کاهش اکسیداسیون ذرات پودر مواد تشکیل دهنده پوشش در حین پاشش پلاسمایی، استفاده از خلأ و روش هایی مانند روش پاشش پلاسمایی در خلأ ( $\text{VPS}^2$ )، روش پاشش پلاسمایی در فشار پائین با استفاده از محفظه های خلأ ( $\text{LPPS}^3$ ) و یا با روش پاشش پلاسمایی با غلاف جامد و گاز محافظ ( $\text{SSPS}^4$ ) در مقایسه با روش پاشش پلاسمایی متداول اتمسفری ( $\text{APS}^5$ ) مورد توجه می باشند. در بین روش های پاشش پلاسمایی تحت حفاظت یا کنترل شده، روش  $\text{SSPS}$  به دلیل عدم نیاز به تجهیزات خلأ گران قیمت در مقایسه با روش های  $\text{VPS}$  و  $\text{LPPS}$  و تنها استفاده از غلاف جامد و تزریق گازهای محافظ داخلی و خارجی مورد توجه بسیار قرار گرفته است [۱ و ۱۴ و ۱۵]. استفاده از غلاف جامد در حین پاشش باعث کاهش تماس جت پلاسما با اتمسفر اطراف و لذا کاهش اکسیداسیون ذرات در حین پاشش می شود. همچنین برای کاهش اکسیداسیون و محافظت ذرات خارج شده از غلاف و تا زمان نشستن ذرات رسوب روی زیرلایه از دوش گاز محافظ خارجی و با تزریق از طریق منافذ بیرونی غلاف جامد تا سطح زیرلایه استفاده می شود [۱۴ و ۱۶].

در این تحقیق با اعمال پوشش های  $\text{ZrC}$  با روش  $\text{APS}$  و روش پاشش پلاسمایی با غلاف جامد و گاز محافظ ( $\text{SSPS}$ ) روی زیرلایه گرافیتی (دارای پوشش  $\text{SiC}$ ) و مقایسه آنها با یکدیگر، تأثیر غلاف جامد و نرخ تزریق گاز محافظ داخلی هیدروژن و گاز محافظ خارجی آرگون

<sup>2</sup> Vacuum Plasma Spray

<sup>3</sup> Low Pressure Plasma Spray

<sup>4</sup> Solid shielding Shrouded Plasma Spray

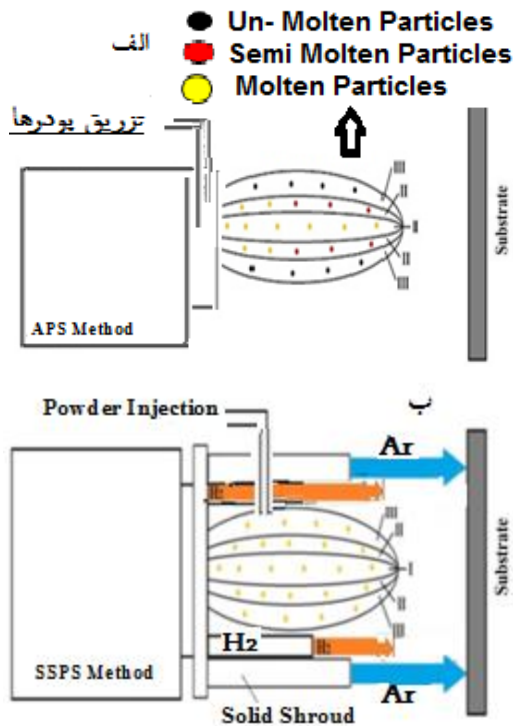
<sup>5</sup> Atmospheric Plasma Spray

<sup>1</sup> Ultra High Temperature Coating

جدول ۲. پارامترهای پاشش در اعمال پوشش ZrC با فرآیند APS

متغیر	مقدار	واحد
جریان	۶۰۰	A
ولتاژ	۵۰	V
توان	۳۴	KW
نرخ شارش گاز اولیه (Ar)	۳۵	l/min
نرخ گاز ثانویه (H2)	۱۲	l/min
نرخ گاز حامل پودر (Ar)	۳	l/min
نرخ تغذیه پودر	۸	g/min
فاصله پاشش	۸	Cm
سرعت جابجایی تفنگ	۸	mm/s

در این تحقیق نرخ تزریق گاز آرگون خارجی برای کلیه پوشش‌های SSPS، مقدار ثابت ۳۰ l/min و تأثیر گازهای داخلی تزریق شده شامل آرگون و هیدروژن با نرخ‌های متفاوت بر ریز ساختار و خواص پوشش‌های ZrC اعمال شده با روش SSPS بررسی گردید.



شکل ۱. تصاویر شماتیکی الف) روش پاشش پلاسمایی اتمسفری (APS) و ب) پاشش پلاسمایی با غلاف جامد و گاز محافظ (SSPS) با تزریق H<sub>2</sub> داخلی و Ar خارجی.

بر ریزساختار و کیفیت پوشش‌های ZrC بررسی شده است.

### مواد و روش آزمایش

در این تحقیق و به منظور اعمال پوشش‌ها، از زیرلایه‌های گرافیتی با ابعاد ۱۰×۲۵×۲۵mm با چگالی تقریبی ۱/۸۲g/cm<sup>3</sup> استفاده شد. ابتدا پوشش لایه اول (یا لایه میانی) SiC با روش سمانتاسیون توده‌ای روی زیرلایه گرافیتی ایجاد شد. اجزاء سازنده پوشش SiC شامل پودرهای سیلیسیم، گرافیت و آلومینا می‌باشند و پارامترهای عملیات حرارتی ایجاد پوشش SiC با روش سمانتاسیون توده‌ای بر اساس مطالعات پیشین در زمینه اعمال پوشش SiC انتخاب شده‌اند [۹ و ۱۲]. پوشش لایه رویی ZrC با روش‌های APS و SSPS و با استفاده از تفنگ پلاسمای F4 ساخت شرکت سولزر-متکو<sup>۶</sup> (کشور سوئیس) و پودرهای آگلومره شده در محدوده اندازه ۷۵-۱۵۰ میکرومتر روی زیرلایه‌های گرافیتی با پوشش SiC اعمال شد. در جدول ۱ خواص فیزیکی ترکیبات ZrC و SiC به عنوان پوشش ارایه شده است.

جدول ۱. خواص فیزیکی ترکیبات SiC و ZrC

SiC	ZrC	نام ترکیب / خواص فیزیکی
۲۸۰۰	۳۴۰۰	دمای ذوب (°C)
۳/۲	۶/۵	دانشیته (g/cm <sup>3</sup> )
۴/۵	۶/۷۳	ضریب انبساط حرارتی 10 <sup>-6</sup> (1/K)

پارامترهای پاشش پلاسمایی مورد استفاده در روش APS در جدول ۲ و تصاویر شماتیکی روش پاشش پلاسمایی اتمسفری (APS) و تصویر پاشش پلاسمایی با غلاف جامد و گاز محافظ (SSPS) در شکل ۱ نشان داده شده است. همانگونه که در شکل ۱-ب مشاهده می‌شود جریان گازهای محافظ داخلی H<sub>2</sub> و Ar خارجی موازی با جت پلاسمای و جریان تزریق پودر عمود بر جریان جت است.

<sup>6</sup> Sulzer-Metco

اندازه‌گیری شده است. همچنین مقدار اکسید پوشش‌ها با کمک نرم افزار X-pert Pro، محاسبه شد. در بررسی‌های ریزساختاری به مقدار ذرات کاملاً ذوب شده که به شکل اسپلت‌های هموار در سطح پوشش مشاهده می‌شوند و ذرات ذوب نشده و نیمه ذوب و تخلخل‌ها و ترک‌های موجود در پوشش توجه شده است.

جدول ۴. کد پوشش‌ها و نرخ تزریق گاز محافظ در فرآیند پاشش

کد پوشش				متغیر
SPS4	SPS3	SPS1	APS	
۲۰	۱۰	صفر	صفر	گاز H <sub>2</sub> داخلی (l/min)
۳۰	۳۰	۳۰	صفر	گاز Ar خارجی (l/min)

#### نتایج و بحث

در شکل ۲ تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی حاصل از آزمون پاشش تک عبور ذرات ZrC با روش APS و همچنین با روش SSPS و تزریق گازهای داخلی Ar و H<sub>2</sub> مطابق با جدول ۳ آورده شده‌اند. بر اساس این جدول در کلیه حالت‌های پاشش ذرات با روش SSPS، گاز محافظ خارجی آرگون و با نرخ ثابت می‌باشد.

مطابق با شکل ۲، ذرات نشسته روی شیشه حاصل از پاشش تک عبور، شامل اسپلت‌ها یا ذرات کامل ذوب شده، ذرات نیمه ذوب یا ذوب نشده و ذرات ریز کروی می‌باشند. با مقایسه تصاویر ۲-الف و ۲-ب مشاهده می‌شود در پاشش ذرات با استفاده از غلاف جامد و بدون تزریق گاز محافظ داخلی (حالت S1 مطابق با جدول ۳)، نسبت به روش اتمسفری حالت A1، ذرات اسپلتی یا ذرات کاملاً ذوب شده بیشتری ایجاد شده که متأثر از نقش موثر غلاف جامد است. با این حال و با بررسی شکل ۲-ب مشاهده می‌شود در پاشش ذرات ZrC در حالت S2، تزریق گاز محافظ داخلی آرگون در غلاف جامد، منجر به افزایش میزان ذرات ذوب نشده و ریز کروی در مقایسه با شکل ۲-ب شده است. این موضوع

آزمون پاشش تک عبور ذرات پاششی مطابق با جدول ۳، با تزریق نرخ‌های مختلف گاز محافظ داخلی H<sub>2</sub> و Ar (و با تزریق گاز محافظ خارجی Ar با نرخ جریان ثابت ۳۰ l/min) روی شیشه به عنوان زیرلایه انجام شد. در این آزمون با عبور سریع شیشه‌های با ابعاد ۲/۵×۲/۵ cm به عنوان زیرلایه از مقابل گان در دمای محیط، ذرات روی سطح شیشه نشسته و به لحاظ ابعاد و مورفولوژی ظاهری مورد بررسی قرار می‌گیرند.

پس از آزمون پاشش تک عبور کاربرد زیرکونیم، پوشش‌های ZrC با استفاده از روش‌های APS و SSPS بر طبق جدول ۴ با نرخ‌های مختلف تزریق گاز محافظ داخلی H<sub>2</sub> و نرخ ثابت گاز Ar خارجی روی گرافیت‌های دارای پوشش SiC، اعمال شدند.

جدول ۳. کد ذرات و نرخ گاز محافظ در آزمون پاشش تک عبور

نرخ تزریق گاز خارجی (l/min)	نرخ تزریق گاز داخلی (l/min)	نوع گاز محافظ		کد پاشش
		گاز خارجی	گاز داخلی	
-	-	بدون محافظت		A1
۳۰	-	Ar	-	S1
۳۰	۱۵	Ar	Ar	S2
۳۰	۱۰	Ar	H <sub>2</sub>	S3
۳۰	۲۰	Ar	H <sub>2</sub>	S4
۳۰	۳۰	Ar	H <sub>2</sub>	S5

ذرات پاششی و پوشش‌های اعمال شده ZrC با تهیه تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی (SEM<sup>۷</sup>) و پراش اشعه ایکس (XRD<sup>۸</sup>) مورد بررسی قرار گرفتند. همچنین درصد تخلخل و اکسید این پوشش‌ها ارزیابی گردید. مقدار تخلخل پوشش‌ها با استفاده از تصاویر سطح مقطع آنها به کمک نرم افزار پردازش تصویر Clemex Ver. 3

<sup>7</sup> Scanning Electron Microscopy

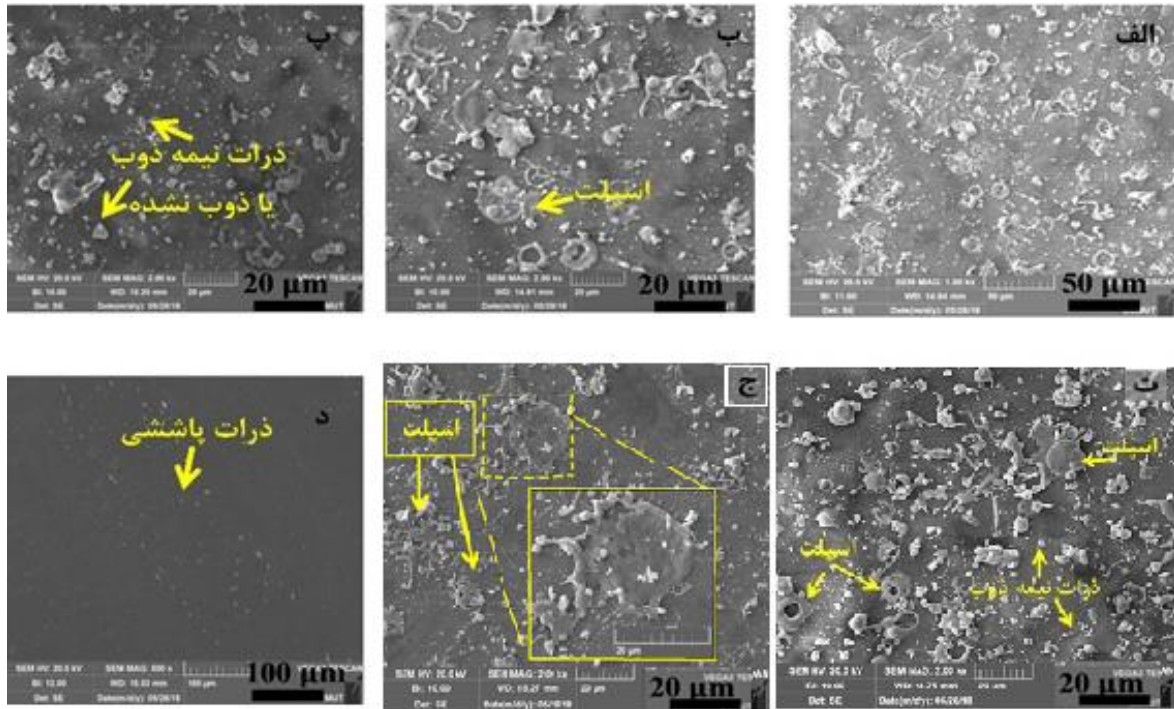
<sup>8</sup> X-Ray Diffraction

شکل در S3 دارای حفرات داخلی بوده و درجه پهن شدگی (Flattening) آن نسبت به نمونه S4 با نرخ تزریق 20 l/min کمتر است.

با افزایش نرخ گاز داخلی هیدروژن به ۲۰ l/min، در شکل ۲-ج (مربوط به حالت S4) که با برش یک قسمت و بزرگنمایی بالای آن ذره مشاهده می‌شود، ذرات ذوب

می‌تواند ناشی از تاثیر جریان گاز آرگون محافظ داخلی بر کاهش دمای ذرات در جت پلاسما باشد که موجب افزایش ذرات ذوب نشده شده است.

در شکل‌های ۲-ت تا ۲-د ذرات در آزمون پاشش تک عبور با تزریق گاز محافظ داخلی هیدروژن با نرخ‌های متفاوت بر مورفولوژی این ذرات مشاهده شده است.



شکل ۲. تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی از ذرات ZrC حاصل از آزمون پاشش تک عبور، الف) کد A1، ب) کد S1، پ) کد S2، ت) کد S3، ج) کد S4 و د) کد S5 (فاصله پاشش از لبه غلاف ۱۰ mm، گاز Ar محافظ بیرونی ۳۰ l/min، نرخ تزریق پودر 8 g/min).

شده اسپلتی بیشتر با درجه پهن شدگی بالاتر در نقاط مختلف روی سطح نشسته‌اند.

با این حال و با افزایش بیشتر نرخ تزریق گاز هیدروژن از ۲۰ به ۳۰ l/min و طبق تصویر شکل ۲-د، مقدار ذرات نشسته روی سطح شیشه در حالت S5 به‌طور قابل ملاحظه‌ای درمقایسه با نرخ‌های تزریق گاز H<sub>2</sub> ۱۰ و ۲۰ l/min، کاهش یافته است. به نظر می‌رسد که افزایش نرخ گاز تزریق شده داخلی به ۳۰ l/min درون غلاف جامد و فشار حاصل از آن مانع از امکان ورود پودرهای ZrC یا موجب کاهش امکان تزریق آنها از طریق نازل تزریق پودر به درون جت پلاسما شده است. به منظور

جت پلاسما دارای نواحی مختلف به لحاظ دمایی بوده و ذرات در فرآیند پاشش پلاسمایی با توجه به عبور از هسته مرکزی جت پلاسما با دمای بالاتر می‌توانند به صورت کاملاً ذوب یا اسپلت و یا عبور از نواحی اطراف هسته مرکزی جت با دمای کمتر، بصورت نیمه جامد یا ذوب نشده به زیرلاپه برسند.

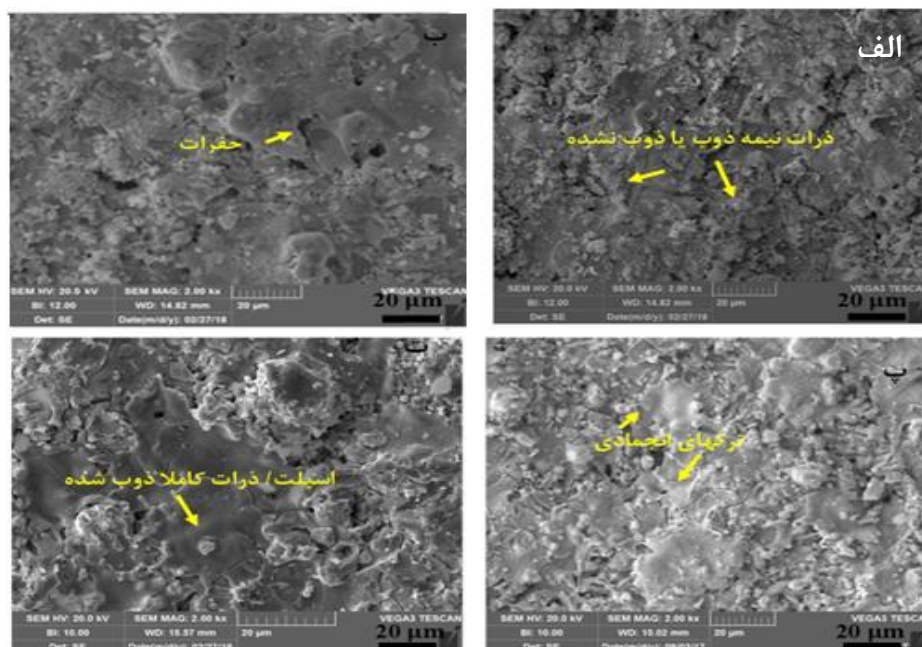
همانگونه در شکل ۲-ت مربوط به حالت S3 مشاهده می‌شود، با تزریق گاز داخلی هیدروژن با نرخ تزریق ۱۰ l/min و با وجود غلاف جامد، میزان ذرات ذوب شده اسپلتی نسبت به حالت پاشش اتمسفری بدون غلاف جامد (A1) افزایش داشته است. با این حال ذرات اسپلتی

و سوختن آن در غلاف جامد باشد. سوختن هیدروژن در غلاف علاوه بر اینکه باعث افزایش دمای محیط اطراف جت می‌شود، با مصرف اکسیژن محیط در حین سوختن موجب کاهش اکسیژن موجود در جت و اکسیداسیون کمتر ذرات در حین پاشش می‌شود [۱۴].

لذا مشاهده می‌شود، استفاده از غلاف جامد و تزریق گاز هیدروژن با نرخ ۲۰ l/min، موجب تشکیل ذرات ذوب شده بیشتر و با همواری بیشتر بر روی سطح شده است. در شکل ۳ تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی (SEM) از سطح پوشش‌های ZrC اعمال شده با روش‌های APS و SSPS مشاهده می‌شود. پوشش‌های اعمال شده با غلاف جامد و تحت حفاظت گازهای محافظ (SSPS) بر طبق جدول ۴ کد گذاری شده و نرخ گازهای محافظ این پوشش‌ها مطابق با نرخ گازهای محافظ در پاشش ذرات در حالت‌های S1، S3 و S4 که در آزمون پاشش تک عبور ذرات موجود در جدول ۳ که شرایط بهتری داشته‌اند، انتخاب شده‌اند.

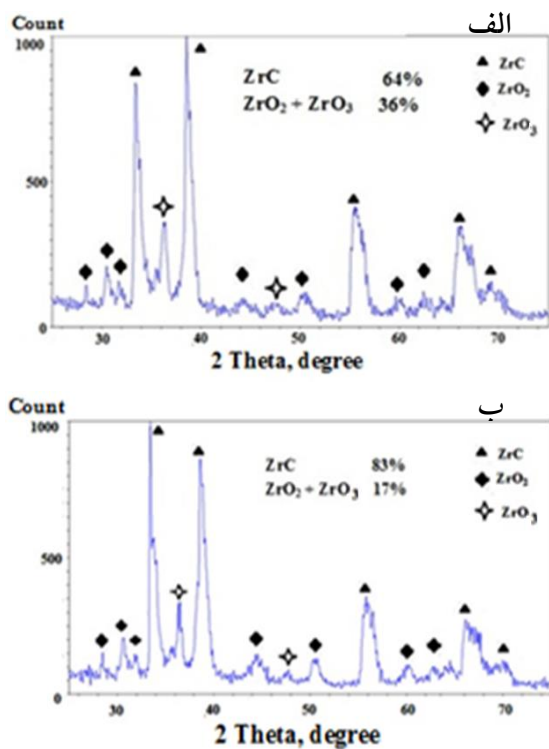
مشاهده مقدار ذرات رسوب کرده کمتر در تزریق گاز محافظ داخلی با نرخ ۳۰ l/min، در شکل ۲-د از تصویر با بزرگنمایی کمتر استفاده شد تا سطح بیشتری از سطح مشاهده شود و اثر فشار بالای گاز داخلی هیدروژن در ممانعت از خروج پودر پاششی به خوبی دیده می‌شود.

همانگونه که در شکل ۱-ب مشاهده می‌شود جریان گازهای محافظ داخلی H<sub>2</sub> و Ar خارجی موازی با جت پلاسما و جریان تزریق پودرها عمود بر جریان جت و به داخل جت می‌باشد. لذا جریان گاز محافظ داخلی هیدروژن با نرخ تزریق بالا (۳۰ l/min) بر حرکت این پودرها موثر است. در تصاویر مختلف شکل ۲، ذرات نیمه ذوب و ذوب نشده نیز علاوه بر ذرات کاملاً ذوب شده اسپلتی نشان داده است. کاهش مقدار ذرات ذوب نشده و یا ذرات نیمه ذوب و تشکیل ذرات کاملاً ذوب شده و اسپلت‌های پهن‌تر می‌تواند به دلیل افزایش آنتالپی و حرارت اطراف جت پلاسما (و توان بالاتر در ذوب ذرات) ناشی از افزایش نرخ تزریق گاز هیدروژن دو اتمی



شکل ۳. تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی (SEM) از سطح پوشش‌های ZrC، (الف) کد APS، (ب) کد SPS1، (پ) کد SPS3 و (ت) کد SPS4 (طبق کدهای جدول ۳).

همان‌گونه که در شکل ۴ مشاهده می‌شود پوشش‌های ایجاد شده، شامل فاز ZrC و همچنین فازهای اکسیدی  $ZrO_2$  و  $ZrO_3$  است.



شکل ۴. نتایج آنالیز فازی (XRD)، (الف) از پوشش APS و (ب) پوشش SPS4

اگرچه با استفاده از روش SSPS نمی‌توان به طور کامل از ورود اکسیژن به درون جت پلاسما ممانعت به عمل آورد و فازهای اکسیدی در پوشش مشاهده می‌شوند، با این حال کاهش مقدار اکسیژن و هوای ورودی با وجود غلاف جامد و همچنین هیدروژن تزریق هیدروژن و مصرف شده در جت پلاسما، موجب کاهش مقادیر اکسید در پوشش SPS4 نسبت به پوشش APS شده است. بررسی دقیق‌تر این موضوع با استفاده از نرم افزار Xpert High Score و تحلیل پیکها و درصد فازها صورت پذیرفت که مطابق تصاویر شکل ۴، درصد مجموع اکسیدهای موجود در پوشش SPS4 بیش از ۵۰٪ کاهش داشته است. در شکل ۵ میزان تقریبی تخلخل و حفرات

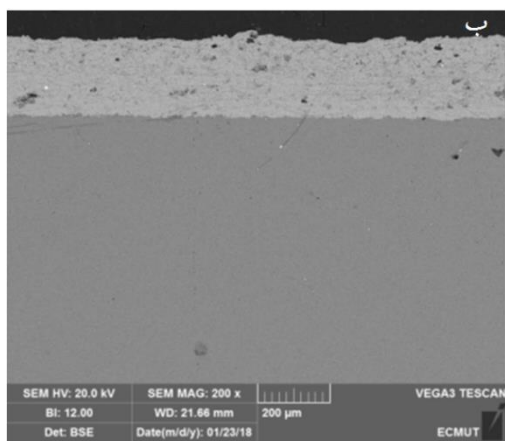
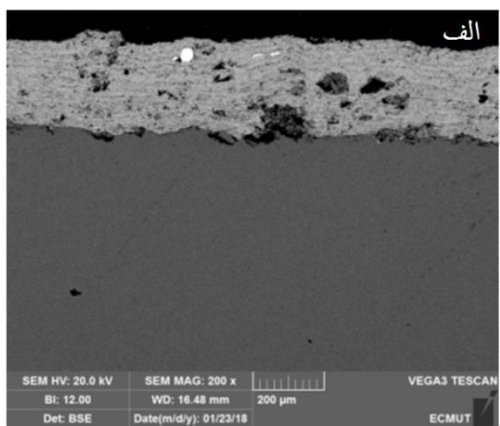
با توجه به نتایج نامناسب آزمون پاشش ذرات مربوط به حالت‌های S2 و S5 به ترتیب مربوط به تزریق گاز آرگون داخلی و گاز هیدروژن داخلی با نرخ ۳۰ l/min اعمال پوشش با این پارامترها با روش SSPS انجام نشد و پوشش‌های مربوط به حالت‌های S1، S3 و S4 اعمال و با پوشش حالت A1 مقایسه شده است.

همان‌گونه که مشاهده می‌شود ریزساختار کلیه پوشش‌های اعمال شده با روش پاشش پلاسمایی، مانند اغلب پوشش‌های پلاسمایی شامل اسپلت‌ها یا ذرات ذوب و پهن‌شده، ذرات نیمه ذوب، حفرات، ترک‌های ریز و تخلخل می‌باشند [۱۵]. همان‌گونه که از این شکل مشاهده می‌شود، با مقایسه تصاویر شکل ۳ (ب، پ و ت) پوشش‌های ZrC اعمال شده با روش SSPS و تحت حفاظت غلاف جامد و گاز هیدروژن داخلی نسبت به پوشش APS (شکل ۳-الف) منجر به ایجاد پوشش‌های با کیفیت بالاتری شده است.

استفاده از غلاف جامد و تزریق گاز هیدروژن داخلی با نرخ ۱۰ l/min (در پوشش کد SPS3) و افزایش آن تا ۲۰ l/min (در پوشش کد SPS4) موجب افزایش ذرات ذوب شده و اسپلت‌های هموارتر و حفرات کمتر شده است. وجود غلاف جامد و تزریق گاز هیدروژن، باعث حفظ گرما و افزایش دمای اطراف جت پلاسما که موجب افزایش توان و ذوب شدن ذرات بزرگتر پودر اولیه وارد شده به جت و پهن‌شده‌گی بیشتر در برخورد به سطح زیرلایه و همواری سطح پوشش‌های اعمالی با SSPS شده است. این موضوع با مقایسه شکل‌های ۳-پ و ت بیشتر مشخص می‌شود. در بررسی سطوح پوشش مشاهده می‌شود، پوشش اعمال شده با نرخ تزریق ۲۰ l/min از کیفیت بالاتر به لحاظ ساختار پوشش پلاسمایی برخوردار است.

در شکل ۴ نتایج آنالیز پراش پرتو ایکس (XRD) از پوشش‌های APS و SPS3 نشان داده شده است.

مقدار تخلخل و حفرات موجود در پوشش SPS4 کمتر از نمونه APS می باشد و تراکم و یکنواختی پوشش بیشتر است.

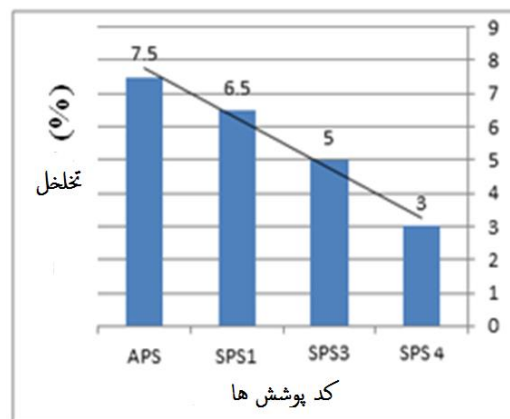


شکل ۶. سطح مقطع پوشش های ZrC اعمال شده با روش الف) APS و ب) SPS4 با تزریق گاز هیدروژن داخلی ۲۰ l/min.

همانگونه که در بررسی مقدار تخلخل پوشش های مختلف در شکل ۵ نیز مشاهده شد، استفاده از غلاف جامد با تزریق گاز محافظ موجب کاهش مقدار تخلخل پوشش و کیفیت بالاتر پوشش می شود.

از جمله منابع ایجاد حفره و تخلخل، مکان های خالی بین لایه های اسپلتی، نواحی اطراف لبه اسپلت ها و ذرات ذوب نشده و اکسیدها در پوشش هستند. از این رو با کنترل شرایط پاشش و نقش مثبت غلاف جامد در کاهش ورود هوای اطراف و همچنین تزریق هیدروژن داخلی با نرخ تزریق بهینه که در غلاف به همراه اکسیژن موجود

موجود در پوشش های APS و SSPS با آنالیز تصویری پوشش ها اندازه گیری و ارائه شده است.



شکل ۵. درصد تخلخل در پوشش های APS، SPS1، SPS3 و SSP4

برای این منظور تعدادی از تصاویر سطح مقطع از پوشش های اعمال شده مورد بررسی قرار گرفتند. همانگونه که مشاهده می شود پوشش های اعمال شده با روش SSPS نسبت به روش APS، دارای مقدار تخلخل کمتری می باشند. همچنین با مقایسه بین پوشش های SSPS نیز مشاهده می شود نمونه SPS4 اعمال شده در غلاف جامد و با نرخ تزریق گاز هیدروژن ۲۰ l/min دارای کمترین مقدار تخلخل و در حدود ۰.۳٪ است. همانگونه که در بررسی ریزساختار پوشش ها نیز مشاهده شد پوشش SPS4 دارای ذرات ذوب شده و اسپلت های پهن تر و مقادیر اکسید کمتری در بین پوشش های SSPS بوده و ساختار پوشش با ذرات ذوب شده بیشتر و اسپلت های هموارتر و مقدار اکسید کمتر بین لایه های پوشش، موجب کاهش تخلخل در پوشش SPS4 شده است

در شکل ۶ به منظور بررسی و مقایسه کیفیت ریزساختار پوشش های ZrC اعمال شده با روش APS و با روش SSPS با نرخ تزریق گاز هیدروژن داخلی ۲۰ l/min (SPS4)، تصاویر سطح مقطع این پوشش ها ارائه شده است. همانگونه که در این شکل نیز مشاهده می شود،



prepared by supersonic plasma spraying, Journal of the European Ceramic Society, 36 (2016) 3739-3746.

4. Y. Jia, H. Li, Q. Fu, Z. Zhao, and J. Sun, *Ablation resistance of supersonic-atmosphere-plasma-spraying ZrC coating doped with ZrO<sub>2</sub> for SiC-coated carbon/carbon composites*, Corrosion Science, 123 (2017) 40-54.

5. A. Abdollahi, N. Ehsani and Z. Valefi, *High temperature ablation-oxidation performance of SiC nanowhisker toughened-SiC/ZrB<sub>2</sub>-SiC ultra-high temperature multilayer coatings under supersonic flame*, Journal of Alloys and Compounds, 745(2018) 798-809.

6. R. Aliasgarian, M. Naderi and S. E. Mirsalehi, *Ablation mechanism of ZrB<sub>2</sub>-SiC coating for SiC-coated graphite under an oxyacetylene flame*, Surface & Coatings Technology, 350 (2018) 511-518.

7. B. Chen, L. Zhang, L. Cheng and X. Luan, *Viscous Flow of Silica and its Effects on Ablation of Carbon/Silicon Carbide Composites as a Liquid-Fueled Rocket Engine Nozzle*, Applied ceramic Technology, 8 (2011) 1468-1474.

8. T. Liu, Y. Niu, C. Li, X. Pan, M. Shi, X. Zheng and C. Ding, *Ablation resistance of ZrC-MoSi<sub>2</sub>/ZrC-SiC double-layered coating in a plasma flame*, Corrosion Science, 145 (2018) 239-248.

9. J. Pourasad and N. Ehsani, *Synthesis of an oxidation-resistant SiC coating on graphite and modeling analysis with thermodynamics calculations*, International Journal of Materials Research, 107 E (2016) 1-5.

10. S. Torabi, Z. Valefi, N. Ehsani, *Ablation behavior of SiC/ZrB<sub>2</sub> ultra-high temperature ceramic coatings by solid shielding shrouded plasma spray for high-temperature applications (temperature above 2000 °C)*, Surface & Coatings Technology 403 (2020) 126271.

11. A. Eshaghi, Z. Valefi, N. Ehsani, *Ablation behaviour of ZrC coating by novel solid shielding/shrouded plasma spray*, Surface Engineering 37 (2021) 890-903.

12. A. Abdollahi, N. Ehsani and Z. Valefi, *Thermal shock resistance and isothermal oxidation behavior of C/SiC-SiC nano functionally gradient coating on graphite produced via reactive melt infiltration (RMI)*, Materials Chemistry and Physics, 182(2016) 49-61.

13. B. R. Kang, H. S. Kim, P. Y. Oh, J. M. Lee, H. I. Lee and S. M. Hong, *Characteristics of ZrC Barrier Coating on SiC-Coated Carbon/Carbon Composite Developed by Thermal Spray Process*, Materials, 12(5) (2019) 747.

14. R. Saharkhiz, Z. Valefi, M. Mirjani, A. Abdollahi and S. Taghi-Ramezani, *Effect of hydrogen and argon shrouding gas flow rates on*

سوخته و علاوه بر افزایش دما و گرمای محفظه موجب احیایی تر شدن محیط شده، به ایجاد پوشش با کیفیت بالاتر در نمونه SPS4 منجر شده است [۱۷و۱۴].

### نتیجه گیری

۱) نتایج نشان می دهند استفاده از روش SSPS و کنترل پارامترهای پاشش در ایجاد پوشش های ZrC با کیفیت بالاتر نسبت به روش APS بسیار مؤثر می باشد.

۲) ایجاد پوشش های ZrC با روش SSPS با تزریق گاز هیدروژن داخلی تا نرخ جریان ۲۰ l/min در غلاف جامد موجب ایجاد ذرات ذوب شده بیشتر و اسپلت ها در پوشش و کاهش حفرات و میزان اکسیدها در پوشش می شود. افزایش بیشتر نرخ جریان گاز هیدروژن داخلی موجب عدم امکان تزریق پودر و تشکیل نشدن پوشش ZrC شد و نشان دهنده اهمیت کنترل پارامترهای پاشش در بهبود کیفیت پوشش است.

۳) استفاده از جریان گاز آرگون خارجی موجب کاهش اکسیداسیون ذرات در حال نشست روی زیرلایه و ذرات نشسته بر سطح می شود. با این حال استفاده از گاز آرگون در داخل غلاف موجب سرمایش جت پلاسما و تلاطم جت و کاهش ذرات ذوب شده گردید.

### مراجع

1. R. Aliasgarian, M. Naderi, S. E. Mirsalehi and S. Safi, *The ablation behavior of ZrB<sub>2</sub>-SiC coating prepared by shrouded plasma spray on SiC-coated graphite*, Journal of Alloys and Compounds, 742 (2018) 797-803.
2. C. Hu, X. Ge, Y. Niu, H. Li, L. Huang, X. Zheng and J. Sun, *Influence of Oxidation Behavior of Feedstock on Microstructure and Ablation Resistance of Plasma-Sprayed Zirconium Carbide Coating*, Journal of Thermal Spray Technology, 24 (2015) 1302-1311.
3. D.j. Yao, H.j. Li, H. Wu, Q.G. Fu and X.F. Qiang, *Ablation resistance of ZrC/SiC gradient coating for SiC-coated carbon/carbon composites*

*high-temperature oxidation behavior of NiCrAlY coating by solid shielding shrouded plasma spray (SSPS)*, Surface and Coatings Technology, 394 (2020) 125818.

15. Y. Niu, Z. Wang, J. Zhao, X. Zheng, Y. Zeng and C. Ding, *Comparison of ZrB<sub>2</sub>-MoSi<sub>2</sub> Composite Coatings Fabricated by Atmospheric and Vacuum Plasma Spray Processes*, Journal of Thermal Spray Technology, 26 (2017) 100–107.

16. T. Liu, L. Zheng, H. Zhang, *Effect of Solid Shield on Coating Properties in Atmospheric Plasma Spray Process*, Journal of Thermal Spray Technology, 25(2016) 1502-1515.

17. J. Zhang and V. Desai, *Evaluation of thickness, porosity and pore shape of plasma sprayed TBC by electrochemical impedance spectroscopy*, Surface and Coatings Technology, 190 (2005) 98-109.