

文章编号:1673-9981(2009)03-0153-05

# 不同氧化铝粉末等离子喷涂氧化铝涂层的性能

朱晖朝<sup>1,2</sup>, 邓春明<sup>2</sup>, 周克崧<sup>2</sup>, 刘敏<sup>2</sup>

(1. 中南大学材料科学与工程学院, 湖南 长沙 410083; 2. 广州有色金属研究院材料表面所, 广东 广州 510650)

**摘要:**分别以 22.5~45  $\mu\text{m}$ (L粉)、5~40  $\mu\text{m}$ (M粉)和 5~22.5  $\mu\text{m}$ (S粉)三种粒径的氧化铝为热喷涂粉末,采用大气等离子喷涂制备了氧化铝涂层,分别对三种涂层的结构和基本性能进行表征,并采用 SprayWatch 3i 设备测量粉末粒子在等离子焰流中的温度和速度。结果表明,S和L涂层的孔隙率较低,且大孔隙较少,在焰流中,S和L粉均具有较高的温度和动能,其涂层的显微硬度和结合强度均比M涂层高,S粉的沉积率最高,但涂层的生产效率较低。考虑生产效率和涂层的综合性能,选择L粉更合适。

**关键词:**氧化铝粉末; 大气等离子喷涂; 涂层性能

**中图分类号:** TB742

**文献标识码:** A

等离子喷涂制备的氧化铝涂层具有良好的化学稳定性、绝缘性和耐磨性,是目前重要的、应用最为广泛的陶瓷涂层<sup>[1-2]</sup>。氧化铝的熔点不高,为 2200  $^{\circ}\text{C}$  左右,远低于等离子焰流的温度。在喷涂过程中,粉末运动速度快(约 350 m/s),在焰流中停留时间短(几百微秒),如果粉末粒径过大,则不能确保粉末熔融而沉积形成涂层。粉末粒径过小不仅给送粉带来较大难度,而且细小粒子由于动能较小,较难进入刚性的等离子焰流中心,反而达不到熔融效果。因此,大气等离子喷涂制备氧化铝涂层的工艺中粉末粒径分布是很关键的。

粒子的温度和速度与等离子喷涂涂层的质量有直接关系。一般来说,当粒子温度超过其熔点时,较高的运动速度有助于涂层的致密度和结合强度更高。对于同一种粉末粒子来说,粒子的温度和速度是一种矛盾关系。粒子温度高,则粒子在等离子焰流加热时间长,粒子的运动速度也就不高。根据热源和粒子的温度与速度在涂层工艺优化中的重要性,近年来,人们开发出了粒子温度和速度测试设备,以指导等离子喷涂<sup>[3-5]</sup>。这类设备是采用高速快门的 CCD 相机、数字成像技术和光谱解析光学等技术对等离子焰流中粒子的温度和速度进行测量。它除了可以

检测粒子的温度和速度这两个关键指标,还可以反映涂过程中粉末流量的稳定性、电极的磨损情况和基体表面温度等信息,从而可实现等离子喷涂在线实时监控。该技术并不是测量单个粒子的温度和速度,而是对焰流中的多个粒子拍照和软件处理后获得瞬间粒子的平均温度和平均速度,因而具有代表性<sup>[6]</sup>。

本文以三种粒径范围的氧化铝作为喷涂粉末,采用 SprayWatch 3i 设备测量等离子焰流中粒子的温度和速度,并对涂层的显微结构和基本性能进行表征。

## 1 试验方法与表征

以 45 号钢为基体,基体尺寸为 D25.4 mm $\times$ 10 mm,除油、喷砂后以待喷涂。用粒径 5~40  $\mu\text{m}$  的 316L 粉作为粘结层,粘结层涂层厚度为 100  $\mu\text{m}$ 。将上述经表面预处理的基体固定在直径为 200 mm 辊面上,试样的线速度为 1 m/s。以三种粒径氧化铝作为热喷涂粉末,采用 F6 等离子喷枪制备  $\text{Al}_2\text{O}_3$  涂层,喷涂 88 遍,涂层的总厚度为 450~700  $\mu\text{m}$ ,其制备工艺参数列于表 1。

收稿日期:2009-04-16

作者简介:朱晖朝(1973-),男,湖南双峰人,高级工程师,学士。

表1 大气等离子喷涂  $Al_2O_3$  涂层的工艺参数  
Table 1 Parameters for APS  $Al_2O_3$  coatings

Ar 流量/(L·min <sup>-1</sup> )	H <sub>2</sub> 流量/(L·min <sup>-1</sup> )	电流/A	电压/V	喷距/mm
45	11	600	74	100

采用称重法测量涂层的沉积率,即通过测量喷枪在辊上停留时间和辊喷涂前后的重量变化计算涂层的沉积率.其中测量精度为1g.采用芬兰 Osier 公司生产的 SprayWatch 3i 设备测量粒子在等离子焰流中的温度和速度.采用带 EDS 的 JL SM5910 扫描电镜对粉末和涂层的显微结构进行表征.采用 Leica DMIMR 自带的图像分析软件测试涂层的孔隙率,其中涂层的图像为扫描电镜下得到.采用 VDMH-5 型显微硬度计测试涂层的显微硬度,其中载荷为 2.94 N,加载停留时间为 15 s.采用上海合成树脂厂生产的结构胶作为粘接材料,按照 ASTM C633 标准测试上述两种涂层的结合强度.

## 2 热喷涂粉末

喷涂粉末为市场上购买的三种粒径分布不同的氧化铝粉末,即粒径为 22.5~45 μm(标为 L)、5~40 μm(标为 M)和 5~22.5 μm(标为 S).表 2 为三种氧化铝粉末的粒度分布.这三种粉末都为烧结、破碎粉末,均有尖锐的棱角.在相同的送粉参数下,L,M,S 三种喷涂粉末的送粉量分别为 36.0,30.0,27.4 g/min.说明在相同的粉末形态下粉末越粗,其流动性能越好.

表2 三种热喷涂氧化铝粉末的粒度分布  
Table 2 Particle distributions for three alumina thermal spraying powders

粉末名称	各粒级体积分数 φ/%				
	5~10 μm	10~20 μm	20~30 μm	30~45 μm	45~60 μm
M 粉末	10	30	35	17	8
L 粉末	3	7	40	35	15
S 粉末	12	48	30	5	5

## 3 结果与讨论

### 3.1 显微结构

图 1 为三种氧化铝涂层的剖面形貌.三种氧化铝涂层中,M 涂层的孔隙率略高且孔隙偏大,大于 10 μm;L 和 S 涂层的孔隙率略低,大部分孔隙的孔径小于 10 μm.三种涂层均呈明显的层状结构,这是等离子喷涂的特点.此外,在 L 涂层中还发现球形颗粒存在(图 1(d)中白色箭头所指),这是由于粉末经等离子焰流熔融后,在到达基体形成涂层前,又重新凝固而沉积到涂层中.

### 3.2 涂层的沉积率

在相同条件下喷涂,涂层厚度可以反映涂层的沉积率.由图 1 所标注的三种涂层的厚度可知,用

M 粉所喷涂的涂层厚度最低.根据称重法测得 M,L,S 三种粉喷涂涂层的沉积率分别为 35%,37%和 44%,其中 S 粉的沉积率最高.但 S 粉的送粉量低(仅为 27.4 g/min),涂层的生产效率较低,单遍沉积厚度为 6.02 μm,低于 L 粉的单遍沉积厚度 6.47 μm.

### 3.3 涂层的结合强度和显微硬度

表 3 为三种氧化铝涂层的显微硬度和结合强度.从表 3 可知,M 涂层的显微硬度和结合强度最低,L 涂层的最高.在相同的制备工艺下,涂层的显微硬度和孔隙率有直接关系.图 1 显示,M 涂层的孔隙率较高,因此其显微硬度较低,比其他两种氧化铝涂层的显微硬度低 100 以上.三种涂层的结合强度都不高,均低于 30 MPa.

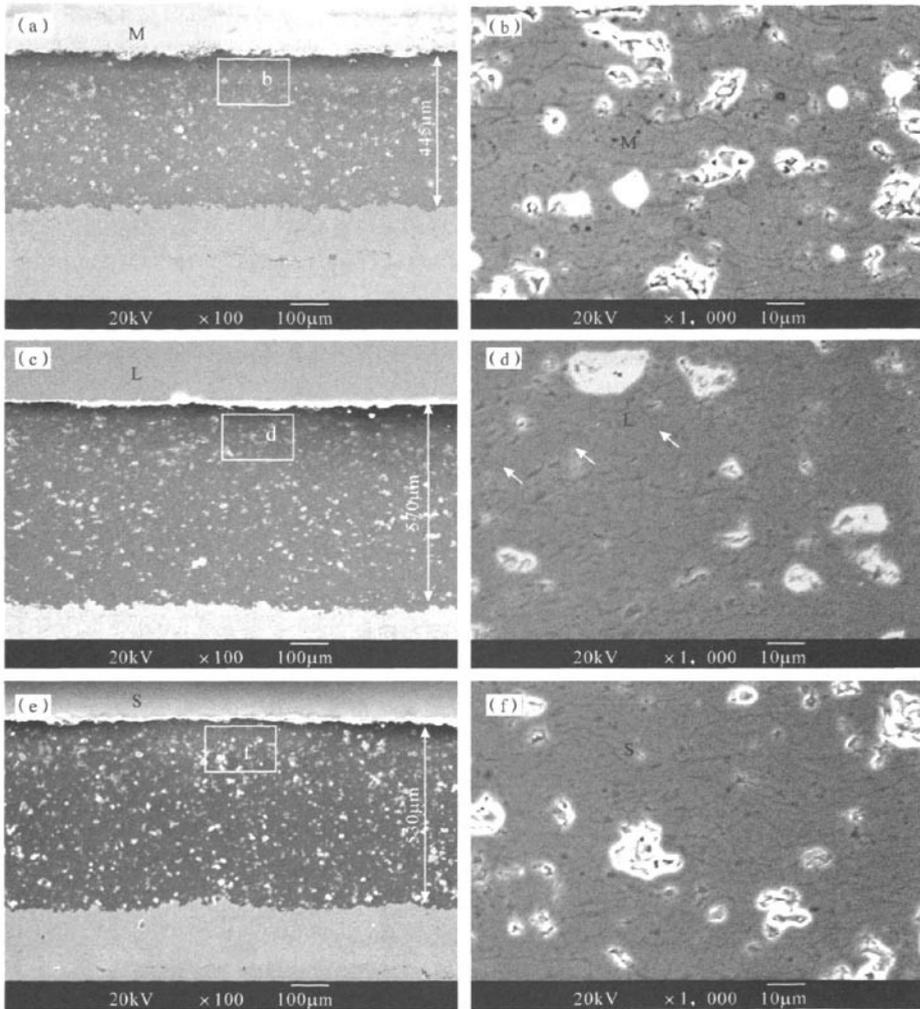


图 1 三种氧化铝涂层的剖面 SEM 照片

(a)M 涂层; (b)为(a)局部放大图; (c)L 涂层; (d)为(c)局部放大图; (e)S 涂层; (f)为(e)局部放大图

Fig. 1 Cross-sectional SEM images for three alumina coatings

(a)M coating; (b) magnified image for (a); (c) L coating;  
(d) magnified image for (c); (e) S coating; (f) magnified image for (e)

表 3 三种氧化铝涂层的显微硬度和结合强度

Table 3 Micro-hardness and adhesive strength for three alumina coating

涂层	显微硬度 Hv	结合强度/MPa
M 涂层	710,732,715,742,726,719 (平均 724)	19.0,21.5,21.0 (平均 20.5)
L 涂层	910,842,862,871,865,872 (平均 870)	23.6,24.0,24.2 (平均 24.0)
S 涂层	865,843,810,900,832,855 (平均 851)	20.2,26.2,21.0 (平均 22.5)

### 3.4 讨论

涂层的结构和性能与粉末粒子在等离子焰流中的物理化学行为有密切关系. 图 2 为三种粉末的粒子在等离子焰流中的温度和速度. 由图 2 可知, 三种粉末的粒子温度和速度都有较大波动. 其主要原因是等离子体的不稳定和粉末在焰流中的位置不同所致. 等离子喷涂过程中由于功率变化而使等离子弧发生变化, 致使弧温度和速度也发生变化, 最终导致粒子的温度和速度出现波动<sup>[5]</sup>. 大气下等离子弧收缩, 能量密度高, 但是在等离子体径向温度和速度相差较大, 粒子进入不同的区域获得的热能和动能也不一样. 但是通过曲线还是可以反映粉末在焰流中的趋势.

三种粉末中, S 粉粒子具有最高的温度(3100~3500 °C)和速度(320~400 m/s); L 粉粒子具有最低的速度(210~300 m/s), 其温度(3000~3500 °C)与 S 粒子接近; M 粉粒子的温度比 S 粉粒子略低, 但速度和 S 粉接近. 虽然三种粉末的温度都已经超过氧化铝的熔点(2200 °C), 但过熔点和粒子在焰流

中的停留时间才最终决定粉末的熔融状态. S 粉和 M 粉的运动速度差不多, 但是由于 S 粉较细, 粒子温度更高, S 粉更易达到充分熔融, 所以 S 粉具有更高的沉积率. L 粉较粗, 在焰流中的运动速度较低、停留时间长, 对氧化铝粒子的传热较充分, 所以这种粉的大部分粉末比 M 粉具有更高的温度. 图 2(b) 显示有一些粒子的温度低于 3000 °C, 这是由于 L 粉中有体积分数 15% 的 45~60  $\mu\text{m}$ , 这些粗粉加热到 3000 °C 比较困难.

粉末在充分熔融下有较高的动能冲击表面是形成致密和结合强度高的涂层的充要条件. 从三种粉末的粒子温度和速度来看, S 和 L 粉粒子均具有较高的温度, 比 M 粉熔融充分; S 和 L 粉粒子具有较高的动能(L 粉速度低, 但单个粉末的质量大), 因此可以获得致密度和结合强度都比 M 涂层高的涂层.

通过对三种粉的粒子温度和速度分析及三种涂层的性能测试可知, S 和 L 粉均是比较好的涂层材料. 但考虑到涂层的生产效率和涂层的综合性能, 选择 L 粉更合适.

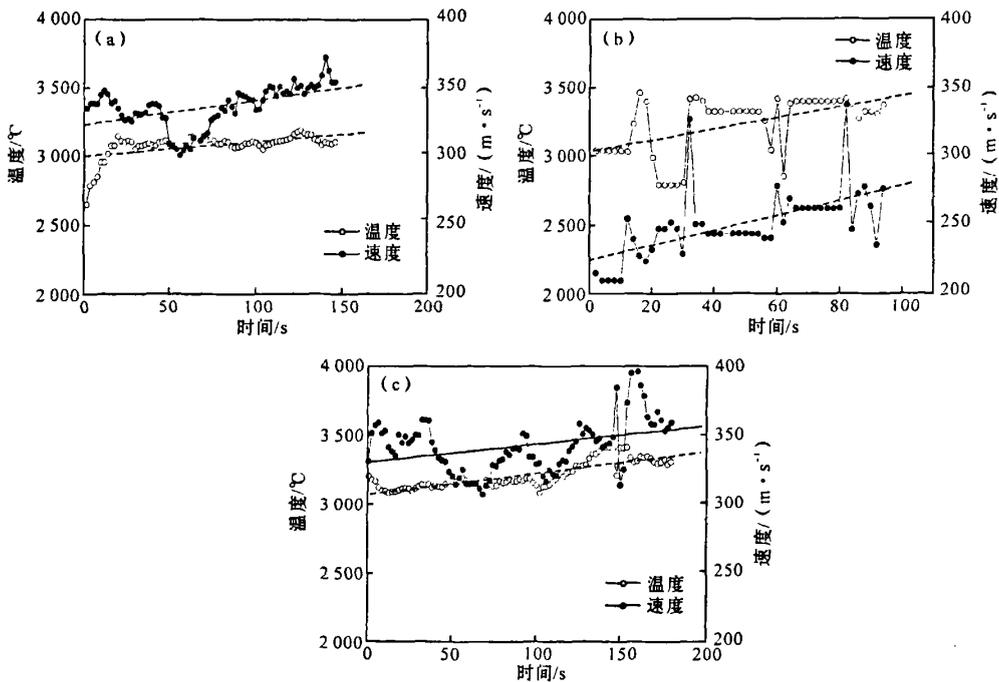


图 2 三种氧化铝粉末在等离子焰流中的温度和速度

(a)M 粉末; (b)L 粉末; (c)S 粉末

Fig. 2 In-flight temperature and velocity for three alumina powders in plasma plume

(a)M powder; (b)L powder; (c)S powder

## 4 结 论

用 M、S 和 L 三种氧化铝粉末喷涂的涂层,其中 S 和 L 涂层的孔隙率较低,且大孔隙较少。在焰流中,S 和 L 粉均具有较高的温度和动能,涂层的显微硬度和结合强度均比 M 涂层高。S 粉的沉积率最高,但涂层的生产效率较低,其单遍沉积厚度为  $6.02 \mu\text{m}$ ,低于 L 粉单遍沉积厚度  $6.47 \mu\text{m}$ 。考虑生产效率和涂层的综合性能,选择 L 粉更合适。

### 参考文献:

- [1] GIOVANNI B, VALERIA C, LUCA L, et al. Wear behaviour of thermally sprayed ceramic oxide coatings [J]. *Wear*, 2006, 261(11-12): 1298-1315.
- [2] 翟长生, 巫瑞智, 王海军, 等. HEPJet 等离子喷涂  $\text{Al}_2\text{O}_3$  涂层性能试验研究[J]. *材料工程*, 2004, (12): 47-50.
- [3] HALL A, WILLIAMSON R, URREA D, et al. A side-by-side comparison of particle temperature ( $T_p$ ), particle velocity ( $V_p$ ) data collected using the accurate G3 and the DPV-2000 [C/CD]//LUGSCHEIDER E. *Proceedings of international thermal spray conference of 2008*. Ohio: ASM International Materials Park, 2008.
- [4] HUSSARY N A, HEBERLEIN J V R. Atomization and particle-jet interactions in the wire-arc spraying process [J]. *Journal of Thermal Spray Technology*, 2001, 10(4): 604-610.
- [5] BISSON J F, LAMONTAGNE M, MOREAU C. Ensemble in-flight particle diagnostics under thermal spray conditions [C/CD]//BERNDT C C, KHOR K A, LUGSCHEIDER E. *Proceedings of the International Thermal Spray Conference 2001: New Surfaces for a New Millennium*. Ohio: ASM International, Materials Park, 2001.
- [6] BISSON J, GAUTHIER B, MOREAU C. Effect of plasma fluctuations on in-flight particle parameters [J]. *Journal of Thermal Spray Technology*, 2003, 12(5-6): 38-43.

## Properties of APS alumina coating with different alumina particle distributions as feedstock

ZHU Hui-chao<sup>1,2</sup>, DENG Chun-ming<sup>2</sup>, ZHOU Ke-song<sup>2</sup>, LIU Min<sup>2</sup>

(1. *Science and Engineering of Materials in Central South University, Changsha 410083, China;*  
2. *Guangzhou Research Institute of Non-ferrous Metals, Guangzhou 510650, China*)

**Abstract:** Three alumina coatings were prepared via air plasma spray (APS) with alumina particle size distributions of  $22.5 \sim 45 \mu\text{m}$  (L powder),  $5 \sim 40 \mu\text{m}$  (M powder) and  $5 \sim 22.5 \mu\text{m}$  (S powder) as feedstock. Microstructure and fundamental performance for three coatings were characterized, and the particle temperature and velocity in plasma plume were tested by SprayWatch 3i instrument in this paper. It was found that S and L coatings exhibited similar low porosity and few big pores. S and L particle owned higher temperature and kinetic energy in plasma flame compared with M particle, therefore higher micro-hardness and adhesive strength coatings were attained than those of M coating. S powder had the highest deposition efficiency, but low production rate due to its low powder feeding. L powder was the best choice by taking into consideration of production rate and comprehensive coating properties.

**Key words:** alumina powder; APS; coating property