



NGHIÊN CỨU THÀNH PHẦN VÀ CẤU TRÚC BỘT CORINDON TỪ NGUỒN NGUYÊN LIỆU TRONG NƯỚC VỚI ĐỊNH HƯỚNG ỨNG DỤNG LÀM VẬT LIỆU CHO CÔNG NGHỆ PHUN PLASMA

**Bùi Văn Khoản¹, Th.S Nguyễn Thanh Phú¹,
Lê Thu Quý², Phạm Đăng Lộc²**

1 Trường đại học Sư phạm Kỹ thuật Hưng Yên

2 Viện Nghiên cứu Cơ khí.

Ngày nhận: 01/10/2016

Ngày sửa chữa: 31/10/2016

Ngày xét duyệt: 15/11/2016

Tóm tắt

Bài báo trình bày các kết quả nghiên cứu về cấu trúc bột Al₂O₃ được sản xuất từ nguyên liệu trong nước. Các mẫu bột Al₂O₃ sau khi được chế tạo sẽ được phân tích cấu trúc bằng kính hiển vi quang học (SEM, EDS, X-RAY). Kết quả phân tích bột chế tạo từ nguồn nguyên liệu trong nước cho thấy kích thước hạt bột nằm trong phạm vi khuyến cáo của các hãng. Kết quả của bài báo chỉ ra một tiềm năng lớn của việc sử dụng nguyên liệu sẵn có cho việc chế tạo bột dùng trong công nghệ phun Plasma thay thế cho nguyên liệu ngoại nhập.

Từ khóa: Bột Al₂O₃-TiO₂, phương pháp SEM-EDX, phun phủ Plasma, cấu trúc tế vi của bột.

1. Đặt vấn đề

Hiện nay, công nghệ phun phủ đã và đang được ứng dụng ngày một nhiều hơn ở các nước có nền kinh tế phát triển như Anh, Nhật, Mỹ, Đức, Pháp, Trung Quốc

Nhân tố góp phần vào sự nghiệp phát triển nói chung của công nghệ phun phủ đó là thiết bị phun, vật liệu phun.... Trong các yếu tố đó thì vật liệu phun có vai trò hết sức quan trọng, một số hãng đã phát triển và tạo được thương hiệu như: Praxair, Metallisation, Sulzer Metco, Inframat Corporation, Powder Alloy Corp, Nobel-Brocl, Castolin, Dressef, Avko, Volvo Flemotor, Dnipro.....

Ở Việt Nam nguồn cung cấp nguyên liệu Al₂O₃ rất dồi dào, điển hình như nhà máy đá mài hải dương, tập đoàn than khoáng sản Việt Nam (Vinacomin) có các dự án khai thác như: dự án Tân Rai ở lâm đồng, dự án Nhân cơ. Với hai dự án trên hàng năm cung cấp cho các nhà máy chế tạo Al₂O₃ ở trong nước và nước ngoài (công ty Marubenin của nhật bản, công ty nhôm Vân Nam

của Trung Quốc) với khối lượng lên tới 650000 tấn Alumin trên năm.

Tuy nhiên việc khai thác, sử dụng nguồn nguyên liệu có sẵn cho chế tạo bột phun phủ chưa được trú trọng tại Việt Nam. Bột phun phủ phần lớn vẫn được nhập khẩu từ nước ngoài với giá thành cao. Thấy được thực trạng này, nhóm tác giả đã triển khai nghiên cứu chế tạo bột AL₂O₃ phục vụ cho chế tạo vật liệu phun phủ từ nguồn nguyên liệu trong nước. Từ đó chúng ta có thể chủ động được nguồn nguyên liệu phun cũng như giảm đáng kể giá thành sản phẩm.

2. Đối tượng và phương pháp nghiên cứu

Đối Tượng nghiên cứu:

Thông tin về các loại nguyên liệu bột trên cơ sở Al₂O₃ đã thương mại hóa trên thế giới và ở Việt Nam

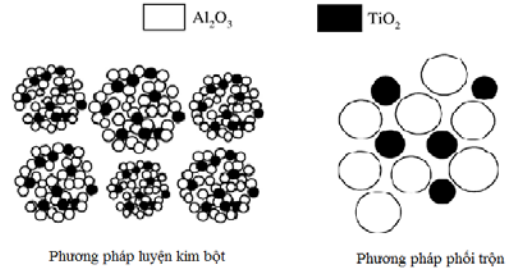
Bảng tổng hợp đặc điểm các loại bột thương mại.

TT	Mã hàng	Cỡ hạt	ứng dụng

Al ₂ O ₃ 87%- TiO ₂ 13%	P26/30	-270 ± 15µm (TiO ₂) -53± 15µm	-Cho lớp phủ chịu ăn mòn ở nhiệt độ lên tới 540°C (các chi tiết áp dụng: trục, tua bin, piston....)
Al ₂ O ₃ 60%- TiO ₂ 3%	P220/3 5	-325 +5µm (TiO ₂) -45+ 5µm (Al ₂ O ₃)	-Cho lớp phủ chịu ăn mòn ở nhiệt độ lên tới 540°C Sử dụng thay thế cho một số bột các bit.
Al ₂ O ₃ 91%- TiO ₂ 3% SiO ₂ 3% Còn lại oxít khác	P205/3 5	-325 +5µm (TiO ₂) -45+ 5µm (Al ₂ O ₃)	Tạo lớp phủ chống mài mòn, xâm thực và ăn mòn.
Al ₂ O ₃ 97%- TiO ₂ 3%	101B- NS	-75 +30 µm	Tạo lớp phủ kháng mòn ở nhiệt độ lên tới 1100°C, lớp phủ làm việc được trong môi trường Axit, kiềm.
Al ₂ O ₃ 98.5% SiO ₂ 1% Và oxít khác	P255/3 0	-325 mesh + 15 microns -45 + 15 microns	Tạo lớp phủ chống ăn mòn ở nhiệt độ lên tới 1650°C, các chi tiết điển hình như trục, nồi nấu kim loại....

Cấu trúc bột phun phụ thuộc vào phương pháp chế tạo bột, hai phương pháp phổ biến

thường được áp dụng đó là: chọn cơ học và thêu kết sau đó nghiền. Cấu trúc của bột phun theo hai phương pháp chế tạo trên biểu thị như hình vẽ [8]:



Hình 1. Sơ đồ cấu trúc bột phun hệ Al₂O₃-TiO₂

Phương pháp nghiên cứu: Khảo sát các loại bột phun phủ trên thị trường, đánh giá một số chỉ tiêu cơ tính của bột. Sử dụng máy sàng rung để phân loại hạt bột, sử dụng phương pháp chụp SEM – EDX – XRD để xác định kích thước hạt bột và tỷ lệ thành phần bột phun plasma.

3. Kết quả khảo sát tính chất của bột Al₂O₃

3.1. Nguyên vật liệu và các phương pháp nghiên cứu

3.1.1 Nguyên liệu:

- Bột Al₂O₃ từ nguồn nguyên liệu trong nước:

Đơn vị cung cấp	Tên bột	Cỡ hạt	Thành phần bột
Công ty đá mài hải dương	WA-240	45+2µm	Al ₂ O ₃ - (>98.2%), Na ₂ O(<0.5%)

- Bột Al₂O₃ – TiO₂ nhập ngoại:

Đơn vị cung cấp	Tên bột	Cỡ hạt	Thành phần bột
Công ty	WA-240	45+2µm	Al ₂ O ₃ - (>98.2%), Na ₂ O(<0.5%)

Xử lý bột: Mục đích của việc sấy bột khử độ ẩm, làm cho các hạt bột tơi và ít bị bám vào nhau kết thành hạt lớn. Khi tạo thành hạt lớn sẽ

không đạt yêu cầu về kích thước hạt phun. Ta tiến hành sấy bột ở nhiệt độ 900°C, trong thời gian 30 phút sau đó để bột nguội cùng lò.



Hình 2. Thiết bị nung bột trước khi sàng bột

Cân nguyên liệu trước khi sàng:

Việc cân mẻ nguyên liệu trước khi sàng nhằm mục đích định lượng được tỷ lệ các hạt đạt yêu cầu phun với hạt cần sử lý tiếp (Nghiền lại). Cân có độ chính xác tới phần vạn.



Hình 3. Minh họa cân điện tử

Sàng rây: Trong nội dung nghiên cứu, mục đích của việc sàng bột nhằm phân loại bột để lấy kích thước hạt đạt yêu cầu theo khuyến cáo của các hãng. Ta tiến hành sàng trên thiết bị sàng dây tại viện nghiên cứu cơ khí với các mức sàng: 500 µm, 200 µm, 100 µm, 71 µm, 50 µm, dưới 50 µm.



Hình 4. Thiết bị sàng dây khi đang sàng

Sau khi sàng ta phân loại được kích thước hạt bột như sau:

- Bột Al₂O₃ từ nguồn nguyên liệu trong nước (không nung):
- Bột Al₂O₃ từ nguồn nguyên liệu trong nước (có nung ở 900°C):

Phân tích cấu trúc và thành phần bằng PP SEM-EDX

Phân tích thành phần pha bằng PP XRD

3.2. Kết quả thí nghiệm và thảo luận

3.2.1. Kết quả cân – sàng bột:

Khi cân nguyên liệu bột để sàng ta tiến hành cân mỗi mẻ cân là 1000 (g), khi sàng ta tiến hành sàng 1000 (g) một mẻ.

Kết quả thu được sau một mẻ sàng:

Bột Al₂O₃-TiO₂ nhập khẩu:

TT	<50 µm	50-71 µm	71-100 µm	100-200 µm	200-500 µm
Al ₂ O ₃ (g)	114	342	170	257	110

Bột Al₂O₃ từ nguồn nguyên liệu trong nước:

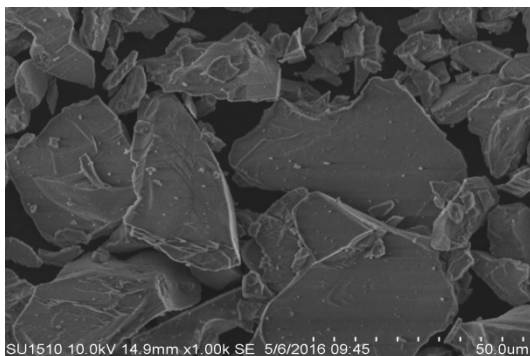
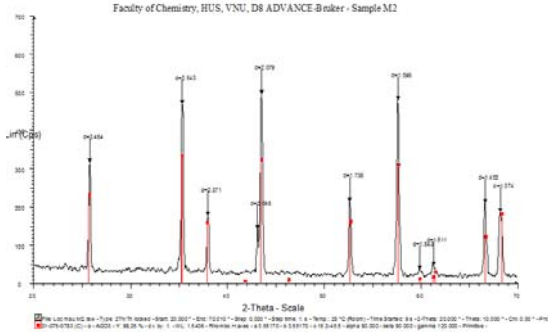
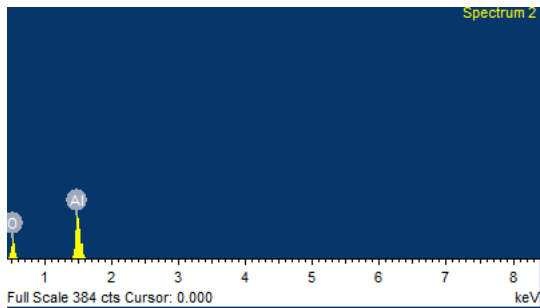
TT	<50 µm	50-71 µm	71-100 µm	100-200 µm	200-500 µm
Al ₂ O ₃ (g)	76	192	260	368	80

3.2.2. Kết quả chụp SEM – EDS - XRD

Bột Al₂O₃ có nguồn cung trong nước:

Kết quả chụp SEM - EDS mẫu bột không nung với độ phóng đại 1000 lần.

Element	Weight %	Atomic %
O K	65.35	76.08
Al K	34.65	23.92
Totals	100.00	

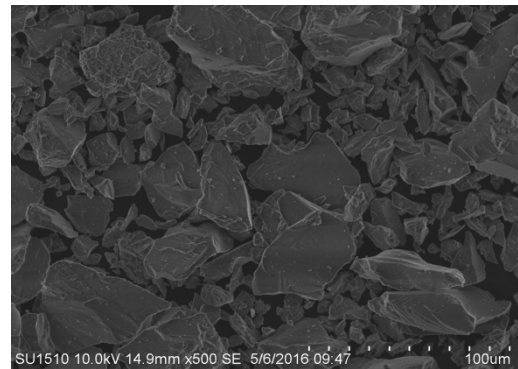
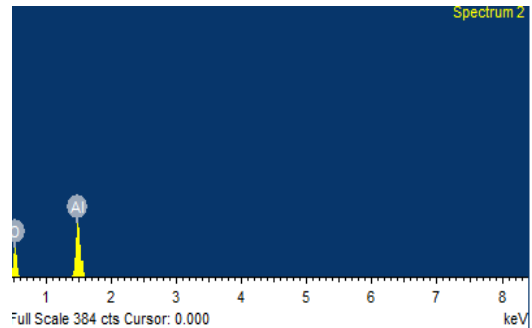


Hình 5. Kết quả chụp SEM mẫu bột Al₂O₃ trong nước (mẫu không nung)

Kết quả chụp SEM mẫu bột không nung với độ phóng đại 500 lần.

Kết quả chụp SEM - EDS mẫu bột không có nung với độ phóng đại 1000 lần.

Element	Weight%	Atomic%
O K	58.14	70.08
Al K	41.86	29.92
Totals	100.00	



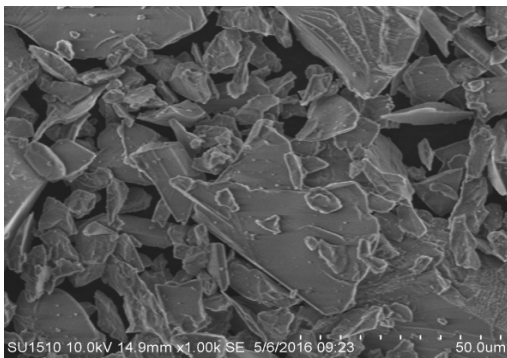
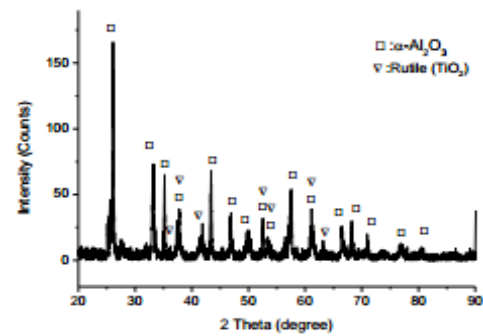
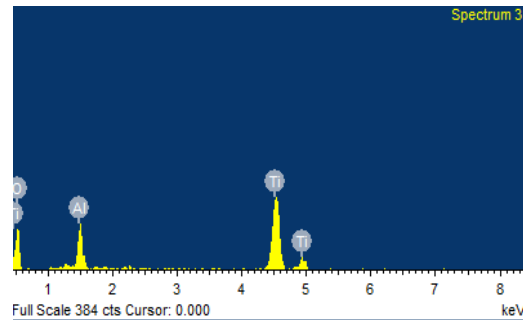
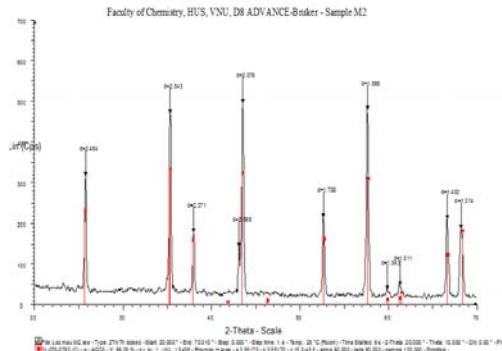
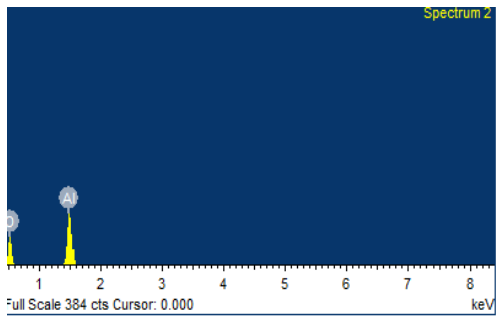
Hình 6. Kết quả chụp SEM mẫu bột Al₂O₃ trong nước (mẫu không nung)

Kết quả chụp SEM mẫu bột có nung ở nhiệt độ 1000°C, với độ phóng đại 1000 lần.

Element	Weight %	Atomic %
O K	65.35	76.08
Al K	34.65	23.92
Totals	100.00	

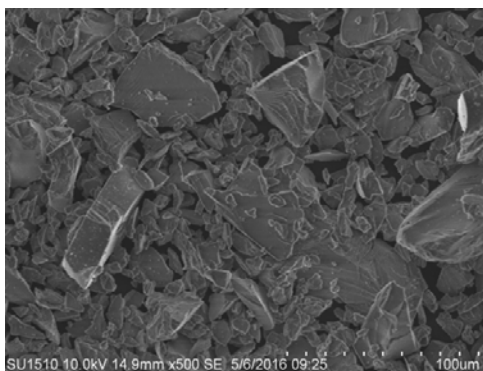
Kết quả chụp SEM – EDS mẫu bột của hãng với độ phóng đại 1000 lần.

Element	Weight%	Atomic%
O K	56.80	77.16
Al K	9.18	7.40
Ti K	34.02	15.44
Totals	100.00	

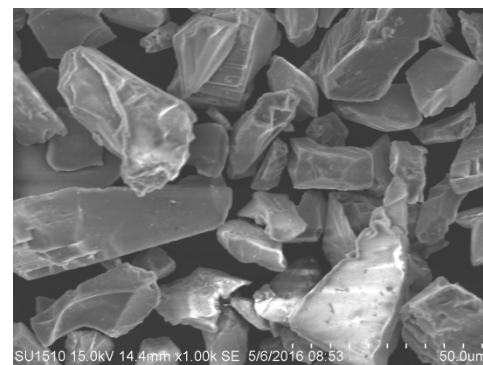


Hình 7. Kết quả chụp SEM mẫu bột Al_2O_3 trong nước(mẫu có nung)

Kết quả chụp SEM mẫu bột có nung ở nhiệt độ $1000^{\circ}C$, với độ phóng đại 500 lần.

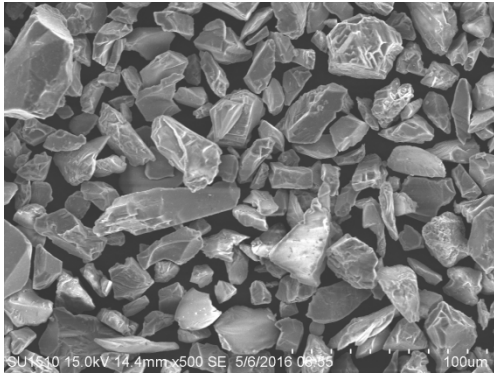


Hình 8. Kết quả chụp SEM mẫu bột Al_2O_3 trong nước(mẫu không nung)



Hình 9. Kết quả chụp SEM mẫu bột $Al_2O_3 - TiO_2$

Kết quả chụp SEM mẫu bột của hãng, với độ phóng đại 500 lần.



Hình 10. Kết quả chụp SEM mẫu bột $Al_2O_3 - TiO_2$

3.3. Thảo luận

Qua phân tích ban đầu về cấu trúc bột Al_2O_3 ta có các đánh giá sau:

+ Việc sấy bột giúp cho quá trình sàng thuận lợi hơn, sàng nhanh hơn.

+ Kích thước của hạt bột từ nguồn nguyên liệu trong nước không đồng đều, hạt ở dạng dải (Phiến).

Tài liệu tham khảo

- [1]. Nguyễn Văn Thông, *Công nghệ phun phủ bảo vệ và phục hồi*, NXB Khoa học và kỹ thuật, 2006.
- [2]. Hoàng Tùng, *Công nghệ phun phủ và ứng dụng*, NXB Khoa học và kỹ thuật, 2006.
- [2]. P222-32, *Alumina oxide 60%, Titanium dioxide 40%*, Metallisation, 2.9.12.5.ISSUE: 1/95-12.
- [3]. N.H. Yusoffa, M.J. Ghazalib, M.C. Isac, A.R. Daud, A. Mughtare, S. Forghanif, *Characterisations Of Al_2O_3 -13% Wt TiO_2 Deposition On Mild Steel Via Plasma Spray Method*, 2010.
- [4]. B.H. Kear, Z. Kalman, R.K. Sadangi, G. Skandan, J. Colaizzi, and W.E. Mayo. *Plasma-Sprayed Nanostructured Al_2O_3/TiO_2 Powders and Coatings*. 2000.
- [5]. S. ISLAK*, S. BUYTOZa, E. ERSOZa, N. ORHANa, J. STOKESb, M. SALEEM HASHMIb, I. SOMUNKIRANa, N. TOSUNa *Effect on microstructure of TiO_2 rate in Al_2O_3 - TiO_2 composite coating produced using plasma spray method*. 2012
- [6]. N. Hegazy*, M. Shoeib**, Sh. Abdel-Samea***, H. Abdel-Kader† *Effect of Plasma Sprayed Alumina Coating on Corrosion Resistance*. 2009.
- [7]. YAO Sun-hui, SU Yan-liang, and KAO Wen-xian, *Thermal Shock Performance of Al_2O_3/TiO_2 Air Plasma Spray Coatings*. *Advanced Materials Research Vols. 328-330 pp 853-856*, Switzerland, 2011.
- [8]. Meidong Wang a,b, Leon L. Shaw a,¶. *Effects of the powder manufacturing method on microstructure and wear performance of plasma sprayed alumina-titania coatings*. 2007.
- [9]. Z.Y. Pan, Y. Wang, X.W. Li, C.H. Wang, and Z.W. Zou. *Effect of Submicron and Nano SiC Particles on Erosion Wear and Scratch Behavior of Plasma-Sprayed $Al_2O_3/8YSZ$ Coatings*. 2012
- [10]. V.V. Narulkar, S. Prakash, and K. Chandra. *Effects of Temperature on Tribological Properties of $Al_2O_3 - TiO_2$ Coating*. *Defence Science Journal*, Vol. 58, No. 4, July 2008 pp. 582-587, 2008, Desdoc. Indian.

+ Kích thước hạt bột của hãng ở dạng khối, đa cạnh.

+ Kích thước hạt để phun theo khuyến cáo của hãng là từ khoảng 50- 150 (μm).

4. Kết luận

- Qua phân tích cấu trúc bột chế tạo từ nguồn nguyên liệu trong nước và nguồn nguyên liệu nhập ngoại cho thấy về cấu trúc 2 loại bột có nhiều điểm tương đồng.

Bột Al_2O_3 đã được chế tạo thành công bằng nguyên liệu trong nước và đạt được kích thước thỏa mãn tiêu chuẩn. Kết quả nghiên cứu trong bài báo này giúp chúng ta đưa ra những đánh giá về khả năng chế tạo bột phun Al_2O_3 từ nguồn nguyên liệu trong nước là rất khả quan. Từ đó chúng ta có thể tận dụng nguyên liệu Al_2O_3 giá rẻ trong nước thay thế cho bột phun ngoại nhập giá cao.

- [11]. N.H.N. Yusoff, M.J. Ghazali², M.C. Isa, A. Muchtar and S. M. Forghani. *Effect of particle size and bonding layer on plasma sprayed Al₂O₃-13%TiO₂ coatings*. International Journal of Mechanical and Materials Engineering (IJMME), Vol.6 (2011), No.3, 385-390, 2011. Malaysia.
- [12]. S. Islak, S. Buytoz, E. Ersoz, N. Orhan, J. Stokes, M. Saleem Hashmi, I. Somunkiran, N. Tosun. *Effect on microstructure of TiO₂ rate in Al₂O₃-TiO₂ composite coating produced using plasma spray method*. Optoelectronics and advanced materials – rapid communications. Vol. 6, No. 9-10, September - October 2012, p. 844 – 849.
- [13]. Zhang Jingjing, Wang Zehua, Lin Pinghua, Yuan Hongbin, Zhou Zehua, and Jiang Shaoqun. *Effect of Vacuum Annealing on the Characteristics of Plasma Sprayed Al₂O₃-13wt.%TiO₂ Coatings* 2012.
- [14]. Meidong Wang, Leon L. Shaw. *Effects of the powder manufacturing method on microstructure and wear performance of plasma sprayed alumina–titania coatings*. Surface & Coatings Technology 202 (2007) 34–44, 2007. USA.

STUDY ON COMPONENT AND STRUCTURE OF AL₂O₃ - TiO₂ POWDER MADE BY DOMESTIC MATERIALS FOR APPLYING TO PRODUCE PLASMA SPRAY MATERIAL

Abstract

This paper presents a study on structure of Al₂O₃ powder which is produced by domestic materials. Optical microscope (SEM, EDS, X-RAY) is used to analyze the structural powder in this research. Results show that size of the powder made by the domestic materials is within the range of companies' recommendations. Therefore, it evidences that herein findings can be applied to fabricate Plasma spray powders instead of using imported materials.

Keywords: Al₂O₃-TiO₂ powder, SEM-EDX method, Plasma spray, powder micro-structure, domestic materials.