

АННОТАЦИЯ

диссертации на соискание степени доктора философии (PhD) по
специальности 6D072300 – «Техническая физика»

КАНТАЙ НУРГАМИТА

**по теме: «Исследование структуры и физико-механических свойств
детонационных покрытий на основе оксидов алюминия и циркония»**

Диссертационная работа посвящена оптимизации процесса детонационного напыления покрытий на основе оксидов алюминия и циркония с целью повышения их трибологических и механических характеристик, а также экспериментальным исследованиям по влиянию технологических параметров детонационного напыления на формирование структурно-фазового состояния и физико-механических свойств покрытий. В частности были исследованы структура, фазовый состав, микротвердость, нанотвердость, стойкость к коррозии, износостойкость, абразивная стойкость, эрозионная стойкость и жаростойкость покрытий из оксида алюминия в зависимости от технологических параметров напыления (частота выстрелов, объем заполнения ствола) и от температуры последующего термического отжига. Разработан способ нанесения градиентного покрытия из оксида алюминия, которое обладает высокой твердостью, износостойкостью и адгезионной прочностью.

Актуальность темы исследования.

В современном машиностроении важная роль отводится поверхности материалов, состояние которых влияет на эксплуатационные свойства деталей машин и инструментов. В процессе эксплуатации деталей машин, инструментов и технологической оснастки наиболее интенсивному воздействию подвергаются поверхностные слои. В настоящее время для улучшения физико-механических свойств поверхности металлов и сплавов применяют защитные покрытия, обладающие высокими физико-механическими характеристиками: твердостью, стойкостью к износу и воздействию агрессивной среды, низкой тепло- и электропроводностью и т.д., что позволяет значительно повысить срок службы и надежность деталей. Для изготовления защитных покрытий, отвечающих широкому ряду вышеперечисленных требований, широко применяют керамику на основе оксидов алюминия и циркония. Оксиды алюминия и циркония имеют свойства, характерные для керамики, но при этом они обладают прочностью металлов. Покрытия на основе оксидов алюминия и циркония обладают высокой химико-термической устойчивостью, поэтому представляют большой практический интерес, обычно наносятся на металлы для улучшения их коррозионной стойкости в высокотемпературных агрессивных средах.

Для получения покрытий на основе оксидов алюминия и циркония широко применяются методы анодирования, термического окисления (ТО), газотермического напыления (ГТН), микродугового оксидирования (МДО) и др. Среди них наиболее перспективным является метод газотермического напыления, который позволяет решать задачи защиты отдельных деталей и

целых конструкций от износа, коррозии, перегрева, воздействия агрессивных сред и т.п. Имеются много работ, посвященных получению покрытий на основе оксидов с применением технологии плазменного, газопламенного и детонационного напыления, которые относятся к газотермическим методам напыления.

Оксид алюминия образует несколько полиморфных разновидностей, или форм, имеющих одинаковый химический состав, различное строение кристаллической решетки и, следовательно, различные свойства. При термической обработке оксид алюминия происходит $\alpha \rightarrow \gamma$ превращения. При нагревании диоксид циркония претерпевает разрушительные фазовые изменения. Поэтому изучение формирования структурно-фазовых состояний покрытий из Al_2O_3 и ZrO_2 в зависимости от вида и режима газотермического напыления, представляют большой интерес.

Для получения покрытий из оксида алюминия методами плазменного, газопламенного и детонационного напыления, обычно $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ используется в качестве исходного порошка. При этом, полученное покрытие практически состоит из $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ в случае газопламенного напыления корунда ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$), в то время при плазменном и детонационном напылении формируются двухфазные покрытия, состоящие из $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ и $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Но полученные покрытия имеют основную фазу $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, которая имеет относительно рыхлую структуру и гораздо меньшую компактность, твердость, абразивную и коррозионную стойкость, чем $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$. Улучшить физико-механические показатели покрытий из оксида алюминия можно путем повышения доли $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ в составе покрытий. А улучшение физико-механических свойств покрытий из ZrO_2 также возможно путем подбора оптимального параметра напыления. Обычно, для улучшения физико-механических показателей покрытий Al_2O_3 и ZrO_2 применяются объемные или поверхностные термические обработки. Однако, это повышает трудоемкость процесса получения покрытий и является экономически нецелесообразным. Поэтому, одним из основных задач повышения физико-механических характеристик газотермических покрытий Al_2O_3 и ZrO_2 является оптимизация процесса напыления. И это возможно при детонационном напылении, которое отличается импульсным характером процесса напыления и осуществляется использованием газового взрыва для разгона и разогрева частиц напыляемого порошкового материала. При детонационном напылении порошковый материал плавится и под воздействием ударной волны с высокой скоростью движется к подложке образуя покрытие на её поверхности. Высокая скорость важный фактор формирования структуры и физико-механических характеристик покрытия.

В настоящее время не существует точных методик расчёта технологических параметров детонационного напыления в полной мере позволяющих прогнозировать свойства керамических и металлокерамических покрытий, в том числе покрытий из оксидов алюминия и циркония. Поэтому технологические параметры, определяющие свойства детонационных покрытий были определены экспериментально.

В связи с вышеизложенным, тема диссертационной работы, посвященная совершенствованию детонационного метода напыления с целью получения покрытий из оксидов алюминия и циркония с высокими трибологическими и механическими характеристиками, а также экспериментальным исследованиям влияния технологических параметров детонационного напыления на формирование структурно-фазового состояния и физико-механических свойств покрытий из оксида алюминия и циркония представляется актуальной.

Целью диссертационной работы является исследование влияния технологических параметров детонационного напыления на формирование структурно-фазового состояния и физико-механических свойств детонационных покрытий на основе оксидов алюминия и циркония.

Для достижения этой цели были решены следующие **задачи**:

- Сравнительное исследование структурно-фазовых изменений, трибологических свойств, твердости, адгезионной прочности и коррозионной стойкости оксидных покрытий, полученных методом детонационного напыления;

- Исследовать влияние термической обработки на структуру и свойства покрытий на основе оксидов алюминия и циркония, полученных методом детонационного напыления;

- Исследовать влияние частоты выстрела при детонационном напылении на структуру и свойства покрытий из оксида алюминия;

- Исследовать влияние степени заполнения ствола детонационной пушки взрывчатой смесью на формирование структурно-фазового состояния, механических и трибологических свойств покрытий из оксида алюминия;

- Разработать способ детонационного напыления градиентных покрытий, имеющих высокие механические и трибологические характеристики.

Объект исследования: покрытия из оксидов алюминия и циркония полученные методом детонационного напыления.

Предметом исследования является технологические параметры детонационного напыления, особенности формирования структуры и свойств покрытий из оксидов алюминия и циркония до и после термической обработки.

Методы исследования. Согласно поставленным задачам были использованы следующие методы анализа: растровая электронная микроскопия (SEM); рентгеновский микроанализ с дисперсией по энергии (EDS); рентгено-структурный анализ (XRD); измерения нанотвердости, микротвердости, испытания на износостойкость, жаростойкость и коррозионную стойкость.

Научная новизна работы:

- впервые получены систематизированные экспериментальные данные о влиянии технологических параметров (частота выстрела, степень заполнения ствола) детонационного напыления на структуру, фазовый состав, механические и трибологические свойства покрытий из оксида алюминия;

- впервые установлено, что снижение степени заполнения ствола детонационной пушки взрывчатой смесью приводит к повышению объемной доли α - Al_2O_3 фазы в покрытиях, и тем самым повышению микротвердости и износостойкости;

- разработан новый способ получения градиентного покрытия из оксида алюминия путем постепенного снижения степени заполнения ствола детонационной пушки взрывчатой смесью. Данный способ позволяет получить покрытие, имеющую структуру в которой объемная доля фазы α - Al_2O_3 увеличивается от подложки к поверхности. Полученное градиентное покрытие обладает высокой твердостью, износостойкостью и адгезионной прочностью.

Основные положения, выносимые на защиту:

1. В результате термической обработки при температуре 1200°C в детонационных покрытиях из оксида алюминия, состоящих из γ - Al_2O_3 с небольшим количеством α - Al_2O_3 , происходят структурно-фазовые превращения с образованием большого количества α - Al_2O_3 , которое приводит к повышению их твердости до 46% и износостойкости до 40%. После термической обработки при 1000°C микротвердость покрытия ZrO_2 увеличивается на 25 %.

2. При нанесении покрытий из оксида алюминия методом детонационного напыления, снижение степени заполнения детонационного ствола взрывчатой смесью от 68% до 53% приводит к повышению объемной доли α - Al_2O_3 фазы и, тем самым, повышению микротвердости в $\sim 1,5$ раза и снижению интенсивности износа в $\sim 2,5$ раза.

3. Детонационное напыление порошка корунда (α - Al_2O_3) путем постепенного снижения степени заполнения ствола детонационной пушки взрывчатой смесью от 68% до 53% позволяет получить покрытие из оксида алюминия, имеющее градиентную структуру, в которой объемная доля фазы α - Al_2O_3 увеличивается от подложки к поверхности.

Научная и практическая значимость работы.

Результаты выполненных исследований имеют существенную научную и практическую ценность. В работе проведено сравнительное исследование структурно-фазовых и физико-механических свойств оксидных покрытий на основе оксидов алюминия и циркония, полученных детонационным методом, а также проведено комплексное экспериментальное исследование влияния технологических параметров непрерывного детонационного напыления на структурно-фазовое состояние. Физико-механические свойства оксидно-алюминиевых покрытий способствует дальнейшему развитию технологии детонационного напыления и она может быть использована в процессе получения покрытий из порошковых материалов на основе оксида алюминия с улучшенными функциональными свойствами. Разработанный способ получения градиентных покрытий из оксида алюминия может быть использован для повышения эксплуатационных характеристик стальных изделий, подвергающихся износу и коррозии.

Разработанный способ защищен патентами РК на полезную модель «Способ нанесения детонационного покрытия» (№6204 опуб. 02.07.2021 г.) и «Способ нанесения детонационного покрытия на поверхности металлов» (№ 6665 опуб. 12.11.2021г.).

Получен акт по внедрению без экономического эффекта результатов диссертационной работы в производство ТОО «ПФ «BEST» (Акт № 285, 12.07.2021 г. Керамический завод).

Связь темы диссертационной работы с научно-исследовательскими проектами. Диссертационная работа выполнена в лаборатории «Инженерия поверхности и трибология» и Национальной научной лаборатории коллективного пользования Восточно-Казахстанского университета имени Сарсена Аманжолова (г. Усть-Каменогорск, Казахстан) и на факультете «Базовая инженерная подготовка» Восточно-Казахстанского технического университета имени Даулета Серикбаева (г. Усть-Каменогорск, Казахстан).

Исследовательская работа проведена в рамках реализации следующих проектов програмно-целевого финансирования:

№BR05236748 «Исследование и разработка инновационных технологий получения износостойких материалов для изделий машиностроения» при финансировании Комитетом науки МОН РК, договор №197 от 16.03.2018 г.

При грантовом финансировании научных исследований Комитета науки Министерства науки и высшего образования Республики Казахстан по теме «Повышение износостойкости и коррозионной стойкости лопатей рабочих колес центробежных насосов путем нанесения детонационных многослойных покрытий», государственная регистрация № AP09058615, 2021-2023 гг.

Личный вклад автора. Личный вклад автора состоит в поиске и анализе литературной периодики, посвященной теме диссертационного исследования. Вместе с научными консультантами были определены цели и задачи исследования, выбраны методы исследования оксидных покрытий. Автор диссертации непосредственно принимал участие в приготовлении образцов, проводил исследование фазового состава, морфологии поверхности, осуществлял измерение микротвердости и нанотвердости полученных оксидных покрытий, а также в обсуждении результатов и написании публикаций. Анализ полученных результатов и формулировка основных выводов проведены совместно с научными консультантами.

Степень обоснованности и достоверности результатов, полученных в работе.

Обоснованность и достоверность результатов, полученных в работе обеспечивается оригинальностью и четкостью постановки задач, выбором и использованием хорошо апробированных экспериментальных методов исследования, объемом и статистикой экспериментальных данных. Результаты исследований прошли публичную апробацию: опубликованы в научных журналах, доложены и представлены автором на республиканских и международных конференциях.

Апробация диссертационной работы. Материалы диссертационного исследования были представлены и апробированы на следующих научных конференциях:

1. XIV-Международная конференция «Технологии с новыми материалами: Порошковая металлургия, композиционные материалы, защитные покрытия, сварка» (Минск, Беларусь, 2020);

2. XVIII-Международный симпозиум IUPAC Макромолекулярные-металлокомплексы (Москва, 2019);

3. VI-Международная научно-техническая конференция «Творчество молодежи – инновационному развитию Казахстана» Восточно-Казахстанский государственный технический университет им. Д. Серикбаева (Усть-Каменогорск, 2020);

4. VII-Международная научно-техническая конференция «Творчество молодежи-инновационное развитие Казахстана" Восточно-Казахстанский технический университет им. Д. Серикбаева (Усть-Каменогорск, 2021);

5. Advanced materials manufacturing and research: new technologies and techniques (AMM&R2021) international conference to be hosted virtually by D.Serikbayev East Kazakhstan technical university (Ust-Kamenogorsk, 2021).

Кроме того, основные результаты диссертационной работы докладывались и обсуждались на научных семинарах кафедры физики, на объединенных научных семинарах факультета базовой инженерной подготовки Восточно-Казахстанского университета им. Д.Серикбаева, а также на научных семинарах научно-исследовательского центра «Инженерия поверхности и трибологии» Восточно-Казахстанского университета им. С.Аманжолова.

Статьи. Всего по теме диссертации опубликованы 15 научных статей, из них:

– 6 статей в научных изданиях, утвержденных Комитетом по обеспечению качества в сфере науки и высшего образования МВОиН РК;

– 2 статьи в журналах входящих в международные информационные ресурсы Web of Science Core Collection (ClarivateAnalytics) и Scopus, в частности: «Coatings» (Q2) и «Materials Research Express» (Q4);

– 5 статей и тезисов докладов в сборниках материалов международных конференций;

– 2 патента РК на полезную модель.

Структура и объем диссертационной работы. Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения и списка использованной литературы, всего 152 страниц, 76 рисунков, 19 таблиц, 283 списка использованной литературы, 6 приложений.