АННОТАЦИЯ

диссертационной работы

«Разработка технологий нанесения защитных покрытий плазменного электролитного оксидирования на поверхности алюминиевых сплавов»

представленной на соискание степени

доктора философии (PhD) по специальности

8D07103 - «Материаловедение и инженерия»

ЕШМАНОВОЙ ГАУХАР БАУЫРЖАНКЫЗЫ

Целью исследования является разработка энергоэффективных технологий получения защитных покрытий с использованием импульсных режимов тока в процессе ПЭО с целью обеспечения оптимальных структурных характеристик на поверхности алюминиевых сплавов.

Задачи исследования и их место в выполнении научно-исследовательской работы

1. Проведение систематического и углубленного исследования с целью определения оптимального состава электролита для быстрого роста покрытий на поверхности сплава AA2024 при применении униполярного источника тока ПЭО.

2. Изучение роли различных кремнийсодержащих частиц разного размера и типа (SiO_2 и Si_3N_4) в фосфатном электролите на формирование и состав покрытий. Изучение коррозионостойкости и износостойкости покрытий.

3. Получение покрытий на поверхности алюминиевых сплавов Al-Cu и Al-Si. Изучение влияния химического состава исходных сплавов на формирование структуры и состав покрытий.

4. Оптимизация параметров обработки в биполярном режиме ПЭО. Изучение микротвердости полученных покрытий.

5. Изучение влияния химической стабильности силикатного электролита на технологический процесс в режиме биполярного тока ПЭО.

Методы исследования

Исследования проводились с использованием современных приборов и оборудования сертифицированных лабораторий в КазНИТУ им. К.И. Сатпаева (Лаборатория инженерного профиля), Гельмгольтц центре (Институт поверхностных исследований, Гестахт, Германия). В ходе выполнения экспериментально-исследовательских работ были использованы ряд передовых методов и оборудования. В частности, были использованы лабораторная установка для плазменного электролитного оксидирования, комплекс пробоподготовки (шлифовально-полировальная установка), рН метер (691, Metrohm), установка для измерения электропроводности (SevenMulti, Mettler Toledo), толщиномер (MiniTest 2100, Elektro Physik), оптический микроскоп (OLYMPUS BX53M), сканирующий электронный микроскоп (TescanVega3SB) с анализатором ЭДС (EDS eumeX), лазерный сканирующий конфокальный микроскоп (LSM 800, ZEISS) рентгеновский дифрактометр (XRD, D8 Advance, BrukerAXS), оптическая эмиссионная спектроскопия тлеющего разряда (GD-Profilер 2, HORIBA), синхротронный

рентгеновский анализ PETRA III (DESY), триботестер с осциллирующим движением (TRIBOtechnic), микротвердомер STEP-100 Anton-Paar, потенциостат (Gamry). Регистрация и анализ электрических параметров процесса оксидирования при ПЭО осуществлялись с использованием программного пакета системы сбора данных SignaSoft 6000 (Gantner Instruments). Характеристики поверхности были оценены с помощью программного обеспечения «ImageJ».

Основные положения (доказанные научные гипотезы и другие выводы, являющиеся новыми знаниями), выносимые на защиту

1) Предложен состав электролита с содержанием гидроксидов (2 г/л), силикатов (12-24 г/л) и фосфатов (12-24 г/л), которая приводит к увеличению скорости роста покрытий и улучшению плотности и однородности слоев ПЭО на поверхности сплава AA2024. Использование оптимального состава электролита способствует экономии энергии до 31 % при применении низкой плотности тока 50 мА/см² во время процесса.

2) Режим мягкого искрения в биполярной обработке ПЭО приводит к высокому росту покрытий и увеличению энергоэффективности процесса. В условиях мягкого искрения стабильное напряжение после его снижения дает экономию энергии до 44 % при плотности тока 100 мА/см² в электролите с содержанием силикатов и фосфатов при 24 г/л.

3) Химическая стабильность силикатных электролитов влияет на процесс ПЭО. При увеличении количества обработок снижается электропроводность, изменяется химический и фазовый состав электролита.

Описание основных результатов исследования

Во время проведения научного исследования были получены следующие научные результаты:

1. Оптимизирован состав электролита с низким содержанием гидроксида (2 г/л), с содержанием силиката и фосфата при 12-24 г/л, который увеличивает скорость роста покрытий и улучшает плотность и однородность слоев ПЭО.

2. Выявлено, что экономия энергии в униполярном режиме обработки ПЭО связана со смешанным составом электролитов с концентрацией силикатов и фосфатов равным 18-24 г/л при применении относительно низкой плотности тока (50 мА/см²). Более высокая скорость роста покрытий при использовании оптимального состава электролита может позволить сократить время обработки, если требуется определенная толщина. Однако, надлежащий анализ затрат и воздействия высококонцентрированных электролитов на окружающую среду является довольно сложным процессом и должен проводиться для конкретных компонентов/областей применения.

3. Установлено взаимосвязь образующихся фаз, толщины покрытий и конечного напряжения при ПЭО в зависимости от состава электролита. При высоких конечных напряжениях (более 470 В) для покрытий, полученных в смешанных электролитах с низкой концентрацией гидроксида, силиката или фосфата (2 и 6 г/л), в составе слоя ПЭО преобладает кристаллическая фаза γ -Al₂O₃. При этом достигнута низкая эффективность роста покрытий.

Содержание силикатов и фосфатов равным 18-24 г/л в электролитах приводит к образованию полностью аморфного слоя ПЭО при низком конечном напряжении около 360 В и значительному увеличению толщины покрытий.

4. Выявлено относительно низкая скорость роста покрытий, с преобладанием роста во внутреннюю сторону в электролитах на основе гидроксидов и фосфатов. Электролиты на основе силикатов способствуют преимущественному росту покрытий наружу, где одновременно происходят процессы осаждения из электролита и окисления Al. Утолщение покрытий в основном зависит от быстрого осаждения соединений в электролите на основе силикатов.

5. Выявлено, что включение частиц кремния различного размера и типа в процесс формирования покрытий связано с локально высокими температурами разрядов. Добавление наночастиц SiO_2 в фосфатный электролит показало высокое поглощение и химически активное включение частиц в покрытие, с образованием смешанных фаз муллита ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot n\text{SiO}_2$) наряду с $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Однако, при использовании микроразмерных частиц SiO_2 и наночастиц Si_3N_4 в электролит, локальная температура разрядов во время ПЭО (конечное напряжение 485 В) было недостаточным для образования силикатных фаз из-за их большого размера или химической стабильности.

6. Показано, что формирование покрытий на разных подложках (Al-Cu и Al-Si) способствует получению покрытий с различными составами и характеристиками. Обнаружено, что покрытие, полученное на поверхности сплава Al-Cu обладает высокой скоростью роста. Процесс ПЭО характеризовался меньшей скоростью формирования покрытий на поверхности Al-Si. Выявлено, что достижение конечного напряжения более 480 В является существенным из-за важности высоких локальных температур и эффективной энергии разрядов во время обработки ПЭО для формирования кремнийсодержащих фаз на различных подложках.

7. Выявлено, что режим мягкого искрения в биполярной обработке ПЭО приводит наряду с высокой скоростью роста покрытий к увеличению энергоэффективности процесса. Высокая экономия энергии достигается в условиях мягкого искрения при стабильном напряжении после его снижения в электролите с концентрацией силикатов и фосфатов равным 24 г/л.

8. Выявлено, что в случае покрытий, полученном в силикатном электролите (18 г/л) для перехода в режим мягкого искрения требуется напряжение разряда не менее 400 В при применении плотностей токов 50 и 100 mA/cm^2 , тогда как для покрытий, полученном в силикатно-фосфатном электролите (24 г/л) требуется напряжение разряда не менее 300 В.

9. Экспериментально установлено, что тонкие покрытия, полученные в фосфатном электролите (18 г/л) с преобладанием фазы $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, обладают высокой микротвердостью по сравнению с толстыми покрытиями, образованные в электролите с содержанием силикатов и силикатов-фосфатов (18-24 г/л), в условиях мягкого искрения при биполярном режиме обработки ПЭО.

10. Установлено, что химическая стабильность силикатных составов электролитов оказывает влияние на процесс ПЭО. Выявлено, что с увеличением количества обработок снижается электропроводность, изменяется химический и фазовый состав электролита.

Обоснование новизны и важности полученных результатов

Обоснование необходимости проведения данной научно-исследовательской работы обусловлено высоким энергопотреблением процесса ПЭО и низкой производительностью оксидирования, ограничивающие широкий диапазон применения данного метода в массовом производстве. Основной научной проблемой, к разработке которой посвящена диссертационная работа, является создание технологических и научных основ обработки поверхности алюминиевых сплавов методом плазменного электролитного оксидирования.

Новизна темы состоит в разработке энергоэффективных технологий получения защитных покрытий на поверхности алюминиевых сплавов с целью обеспечения высокой производительности процесса и улучшения их структурных характеристик.

Соответствие направлениям развития науки или государственным программам

Диссертационная работа выполнена в рамках международного проекта FUNCOAT (функциональные покрытия) Горизонт H2020-MSCA-RISE-2018 («Разработка и дизайн новых многофункциональных покрытий ПЭО», 823942), и в ходе заграничной научно-исследовательской стажировки в Институте поверхностных исследований (Гестахт, Германия), а также является продолжением исследований соискателя в качестве руководителя проекта грантового финансирования МНВО РК «Жас Ғалым» ИРН: AP25795409 (2025-2027 гг.) по теме «Исследование модификации поверхности алюминиевых сплавов методом плазменного электролитического оксидирования».

Вклад докторанта в подготовку каждой публикации

Личное участие докторанта в получении научных результатов заключается в разработке плана и проведении экспериментов, выполнении теоретических и экспериментальных исследований, а также в обсуждении и обобщении полученных данных.

По материалам диссертационной работы опубликовано 4 печатных работ, из них 2 статьи в международном рецензируемом научном журнале, входящем в БД Scopus и Web of Science:

1. G. Yeshmanova, C. Blawert, M. Serdechnova, D.C.F. Wieland, M. Sarykevich, E. Gazenbiller, D. Hoche, D. Smagulov, M.L. Zheludkevich Effect of electrolyte composition on the formation of PEO coatings on AA2024 aluminium alloy, *Surfaces and Interfaces* 44 (2024) 103797 (Q1, процентиль 82%, IF 6.2), <https://doi.org/10.1016/j.surfin.2023.103797>.

2. G. Yeshmanova, C. Blawert, M. Serdechnova, M. Sarykevich, T. Wu, U. Kakimov, V. Kasneryk, T. Shulha, D. Smagulov, M.L. Zheludkevich Influence of different Si sources on plasma electrolytic oxidation coating formation, morphology

and composition, Journal of Alloys and Compounds 1036 (2025) 181845 (Q1, процентиль 91%, IF 6.3) <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2025.181845>.

1 статья в изданиях, рекомендованных Комитетом по обеспечению качества в сфере образования и науки МОН РК, входящий в БД Web of Science:

1. Ешманова Г., Смагулов Д., Блаверт К. Технология плазменного электролитного оксидирования для получения защитных покрытий алюминиевых сплавов, Комплексное Использование Минерального Сырья 2021 2(317) 78-93. <https://doi.org/10.31643/2021/6445.21>.

Труды международных научно-практических конференций:

1. Ешманова Г., Смагулов Д., Получение защитных покрытий на поверхности алюминиевых сплавов методом плазменного электролитического оксидирования, Материалы II Международной конференции памяти академика Э.Г. Боос (ICHERMS – 2024), 15-16 февраля 2024, Satbayev University, Алматы.