



ТЕХНИЧЕСКИ УНИВЕРСИТЕТ – СОФИЯ
МАШИННО-ТЕХНОЛОГИЧЕН ФАКУЛТЕТ



Катедра “Материалознание и Технология на Материалите”



маг. инж. Райна Боянова Димитрова

**ИЗСЛЕДВАНЕ НА ВЪЗМОЖНОСТТА ЗА СЪЗДАВАНЕ НА ДИСПЕРСНО УЯКЧЕН МАТЕРИАЛ С АЛУМИНИЕВА
МАТРИЦА ЗА НАВАРЯВАНЕ**

АВТОРЕФЕРАТ

на дисертационен труд
за присъждане на образователна и научна степен “ДОКТОР”

област на висше образование 5. Технически науки
професионално направление: 5.1 Машинно инженерство
научна специалност: “Технологии, машини и системи за заваръчното производство”

Научни ръководители: проф. д-р Божана Табакова
доц. д-р Манахил Тонгов

София, 2016

Дисертационният труд съдържа 219 страници и е структуриран в: 7 глави, общи изводи, приноси, публикации и литература. Включва 200 фигури и 35 таблици. Библиографията обхваща 136 литературни източника. Представени са 4 публикации по темата на дисертационния труд.

Номерацията на формулите, фигурите и таблиците в автореферата, както и цитираните източници, са същите като тези в дисертационния труд.

Дисертационният труд е обсъден и насочен към защита на заседание на Разширен Катедрен Съвет на катедра „Материалознание и Технология на Материалите“ към Машинно-Технологичен Факултет при Технически Университет - София, проведено на 10.06.2016 г. (Протокол № 9 / 10.06.2016 г.).

Докторантът работи като асистент към катедра „Материалознание и Технология на Материалите“ към Машинно-Технологичен Факултет при Технически Университет – София.

Публичната защита на дисертационния труд ще се състои на 27.10.2016 г. от 13:00 ч. в залата на БИЦ на ТУ – София на заседание на Научно жури в състав:

проф. д.т.н. инж. Йордан Генов Генов
проф. д-р инж. Божана Михайлова Табакова

чл. кор. проф. д-р инж. Димитър Тодоров Бучков
проф. д.т.н. инж. Александър Николов Желев
проф. д.ф.н. инж. Петър Иванов Петров

Председател
Научен секретар
(Научен ръководител)
Член, рецензент
Член
Член, рецензент

Автор: маг. инж. Райна Боянова Димитрова

Заглавие: Изследване на възможността за създаване на дисперсно уякчен материал с алуминиева матрица за наваряване.

Тираж: 30 бр.

Печатна база на ТУ-София

ОБЩА ХАРАКТЕРИСТИКА НА ДИСЕРТАЦИОННИЯ ТРУД

Актуалност на проблема

Алуминият и алуминиевите сплави (леярски и деформируеми), са основен конструкционен материал в автомобилната промишленост, корабостроенето, самолетостроенето и химическата промишленост. Характерни за алуминия са температура на топене 660°C, плътност 2,7 g/ cm³ и устойчивостта му на корозия. Въпреки това, ниската му твърдост и износоустойчивост са ограничаващи фактори в много от неговите възможни приложения.

Дисперсно уякчените материали с алуминиева матрица са нов конструкционен материал, поради променените свойства на металната матрица: термична устойчивост, повишена твърдост и износоустойчивост. Тези материали комбинират пластичността на алуминия и алуминиевите сплави с твърдостта и износоустойчивостта на уякчаващата фаза. Основният проблем при получаването на дисперсно уякчен материал с метална матрица е осигуряването на добра дисперсия и адхезия между уякчаващата фаза и матрицата.

Метализирането на уякчаващата фаза при композитите с алуминиева матрица цели умокряне от стопилката и реализирането на адхезия между металната матрица и неметалните частици, както и избягването на химични реакции между тях. Материалите и технологиите за нанасяне на това метално покритие са много различни, но всички те се свеждат до създаването на достатъчно здрав и плътен метало-сплавен слой върху неметална основа.

Научна значимост и новост

Метализирането на повърхността на уякчаващата фаза променя повърхностните свойства на неметалните материали, като те придобиват характеристиките на нанесения върху тях метал. Най-използваният метал при химическото метализиране е никелът с редуктор натриев хипофосфит, като безтоково нанесеното никел-сплавно покритие съдържа фосфор, който може съществено да промени свойствата му. Първият обект на изследванията е създаването на нов разтвор за химично никелиране на микро/ нано частици и въглеродни влакна, който да работи при ниски температури, в т.ч. и стайна, и да даде никел-сплавно покритие с ниско съдържание на фосфор, повишена твърдост и магнитни свойства.

Основният проблем при получаване на обемно уякчени композитни материали с метална матрица, базирана на алуминиеви сплави с керамични частици е да се преодолее повърхностното напрежение на металната стопилка и да се осигури адхезия с неметалната твърда фаза (керамични частици и въглеродни влакна). Вторият обект на изследванията е разработването на приложима в производствени условия технология за имплантиране на уякчаващата фаза (микро и нано частици) в точно състояние на металната матрица при технологиите за леене.

Подобен е и проблемът при получаването на повърхностно уякчени слоеве при въвеждането на уякчаваща фаза от керамични частици чрез наваряване и повърхностно претопяващо легиране. Третият обект на изследванията е разработването на приложима технология за наваряване и повърхностно претопяващо легиране на алуминий и алуминиеви сплави в защитна газова среда чрез стопяване на предварително нанесен слой или чрез създаване на армиран добавъчен материал.

Въпреки, че обхватът на настоящата работа е достатъчно широк, в част от нея (свързана с успешното метализиране на въглеродни влакна), се появяват и перспективи за по нататъшни изследвания – създаване на дисперсно армиран с въглеродни влакна композит с алуминиева матрица.

Реализиране на разработката

Изследванията в настоящата работа са проведени в, както следва:

Технологии за предварително повърхностно третиране (сенсibiliзиране, метализиране, плакиране и пр.) на уякчаващата неметална фаза (микро/нано частици и въглеродни влакна), както и разработване на методики за изследване – лаборатория по Металография, МТМ, МТФ, Лаборатория за СЕМ анализ, УНИК, ТУ–София и Референтен център по безопасност на храните в НДНИВМИ към БАБХ.

Изследване възможността за имплантиране на уякчаващата фаза (микро и нано частици) в точно състояние на металната матрица чрез технологиите за вибрационно леене (кристализация в условията на механични вибрации) и наваряване, върху предварително нанесен филм – лаборатория по Леене на металите и по Електродъгово заваряване в защитна газова среда, МТМ, МТФ.

Изследване възможността за имплантиране на уякчаващата фаза (микро и нано частици) в твърдо състояние на металната матрица чрез технологиите за пластична деформация (вбиване/имплантиране) за получаване на допълнителен материал – тел за наваряване от екструдирани дисперсно армирани алуминий – лаборатория по Пластична деформация, МТМ и ИМСТЦХ „Акад. А. Балевски“ при БАН.

Изследване възможностите за създаване на повърхностен слой от дисперсно уякчен материал с алуминиева матрица чрез наваряване в защитна газова среда (МИГ/ ВИГ) и чрез повърхностно претопяващо легиране – лаборатория по Електродъгово заваряване в защитна газова среда и Прототипна лаборатория към МТФ, ТУ-София.

Практическа полезност и приложимост

Доказаната повишената износостойчивост и твърдост на отложените по разработените в дисертационния труд технологии за дисперсно уякчени покрития върху алуминиева матрица дават възможност за практическото приложение на:

- ✓ създадения нов разтвор за химично никелиране и помедняване след предварително никелиране на микро/нано частици и въглеродни влакна;
- ✓ разработените методика за спектрофотометрично определяне количеството на отложения никел и мед върху метализирани частици и методика за подготовка (препариране) на микро/нано частици и въглеродни влакна за сканираща електронна микроскопия и рентгенов енергийно дисперсионен микроанализ;
- ✓ разработената технология за плакиране на метализирани частици SiC и въглеродни влакна с покривен флюс;
- ✓ въвеждането на уякчаваща фаза от метализирани частици при кристализация в условията на механични вибрации (вибрационно леене);
- ✓ полученото покритие от дисперсно армиран алуминий, посредством наваряване в защитна газова среда (ВИГ, МИГ) върху предварително нанесен филм, образувал евтектика;
- ✓ технологията за създаване на тел за наваряване от дисперсно армирана алуминиева матрица чрез последователно прилагане на горещо обемно щамповане на съставен пакет и следващо екструдирание (право пресоване);
- ✓ полученият износостойчив повърхностен слой от дисперсно уякчен материал по технологията повърхностно претопяващо легиране чрез селективно лазерно стопяване (SLM).

Апробация на резултатите от дисертацията

Основните резултати от дисертационния труд са публикувани, както следва:

- International Working Conference "Total Quality Management – Advanced and Intelligent Approaches", 2nd – 5th June, 2015, Belgrade, Serbia;
- XXII/XXIII International Scientific Technical Conference Foundry 2015/16, Плевен, България;
- Международна научна конференция „70 години МТФ“, 11-13 Септември, 2015, Созопол, България.

Основните проблеми, разработени в представения дисертационния труд, са част от научно-изследователската тематика на направление „Нови материали и наноструктури“ по Договор № ДУНК-01/3 „Създаване на Университетски научно-изследователски комплекс (УНИК) за иновации и трансфер на знания в областта на микро/нано технологии и материали, енергийната ефективност и виртуалното инженерство“ за периода декември 2015 - декември 2017 година.

ОСНОВНО СЪДЪРЖАНИЕ НА ДИСЕРТАЦИОННИЯ ТРУД

Глава I. Анализ на състоянието на проблема

I.5.1. Изводи от направения анализ на състоянието на проблема

Анализът на представените в научната литература резултати за състоянието на проблема води до обособяване на следните обобщени изводи:

Най-разпространеният начин за подобряване на адхезията и за избягване на граничните взаимодействия между използваните материали за уякчаваща фаза (керамични частици и въглеродни влакна), както и за увеличаване на умокрящата способност на алуминиево-сплавната матрица е нанасяне на покритие върху повърхността им чрез химическо (безтоково) метализиране.

Най-използваният метал при химическото метализиране е никелът с редуктор натриев хипофосфит, като нанесеното покритие е никел-сплавно, с различно съдържание фосфор. Процесът по отлагането на покритието върху неметална уякчаваща фаза започва задължително с подготовка на повърхността ѝ.

Извършването на изследвания чрез сканираща електронна микроскопия и рентгенов анализ е необходимо условие за установяване ефективността на нанесеното покритие (никел-сплавно) върху повърхността на уякчаващата неметална фаза.

Разработените комбинации от алуминиеви флюсове могат да изпълняват различни функции при леене и заваряване/ наваряване, като действат като повърхностно активно вещество в стопилката или заваръчната вана, намаляват повърхностното напрежение и в същото време са в състояние да разрушат окисния слой.

Необходимото условие за успешно въвеждане/ имплантиране на уякчаващата фаза (метализирани микро/нано частици) в алуминиева матрица е свързано с външно въздействие върху стопилката. Основните технологии за въвеждане/ имплантиране на уякчаващата фаза (метализирани микро/нано частици) в алуминиева матрица при получаване на покрития) могат да бъдат реализирани чрез наваряване в защитна газова среда и повърхностно претопяващо легиране.

Въвеждането на уякчаващата фаза в течната вана при процесите на наваряване в защитна газова среда и повърхностно претопяващо легиране може да бъде извършено чрез: - сканиране на предварително нанесен филм върху повърхността; - допълнителен материал (тел), съдържащ уякчаващата фаза; - обмазка на допълнителния материал; - директно впръскване/ избутване в течната вана.

I.5.2. Установени проблеми, подлежащи на изясняване и уточняване

Основният проблем при получаването на повърхностни слоеве или обемен дисперсно уякчен материал с метална матрица е осигуряването на добра адхезия между неметалната фаза и металната матрица, както и диспергирането ѝ.

При предварителното третиране на повърхността на наноразмерните частици в химически разтвори се получава агломериране и склонност към образуване на микроразмерни струпвания.

Известните разтвори за химично никелиране на неметални частици с редуктор натриев хипофосфит са на основата на никелов хлорид NiCl_2 или на никелов сулфат NiSO_4 и работят при температури над 45°C , като могат да създадат никелсплавно покритие с повишено съдържание на фосфор.

Методите на оптичната микроскопия не дават необходимата информация за установяване ефективността на нанесеното покритие (никел-сплавно или никел-мед-сплавно) върху уякчаващата фаза (частици/ въглеродни влакна).

Количественият анализ на нанесените върху уякчаващата фаза слоеве изисква сложна и скъпо струваща апаратура, като с известните по-достъпни методи на аналитичната химия, може да бъде извършено само качествено определяне.

Използването на повърхностно нетретирани частици без прилагане на механично въздействие (разбъркване, вибрации и пр.) върху алуминиева стопилка, води до извеждането на неметалната фаза под формата на шлака преди усвояването ѝ.

Въвеждането на уякчаващата фаза в течната вана чрез предварително нанасяне на филм (паста) в условията на наваряване в защитна газова среда, при използване на свързващо вещество, води до промени в състава, съответно до влошаване качеството на повърхностния слой.

Директното сканиране на обмазана с уякчаваща фаза повърхност с високо енергиен източник без внасяне на допълнителен материал води до опасност от получаване на несвършенства в нанасяните слоеве.

Начинът на директно въвеждане на уякчаващата фаза в течната вана при ВИГ/МИГ заваряване/ наваряване не е достатъчно ефективен за усвояването ѝ, като се усложнява по отношение на използваното оборудване и необходимостта от разработване на допълнителни съоръжения за механично подаване впръскване/ избутване на частиците в течната вана.

Цел и задачи на дисертационния труд

Целта на настоящия дисертационен труд е създаване на дисперсно уякчен материал на алуминиева основа, чрез разработване на технологии за въвеждането/ имплантирането на метализирани микро/ нано частици в алуминиева матрица, предназначен за получаване на покрития с повишени механични характеристики.

За постигане на тази цел, в дисертационния труд се решават следните **основни задачи**:

1. Разработване на технология за подготовка и химично метализиране на микро/ нано частици силициев карбид и въглеродни влакна, предназначени за създаване на дисперсно уякчен материал с метална матрица.
2. Разработване на методика за подготовка на микро/ нано частици и въглеродни влакна за изследване чрез сканираща електронна микроскопия и рентгенов енергийно дисперсионен микроанализ.
3. Изследване на възможността за въвеждане на микро/нано частици силициев карбид в течно състояние в алуминиева матрица.
4. Разработване на технологии за получаване на изнosoустойчиви повърхностни слоеве от дисперсно уякчен материал, чрез наваряване в защитна газова среда (МИГ/ ВИГ).
5. Разработване на технология за получаване на добавъчен материал за наваряване от дисперсно армиран алуминий чрез гореща пластична деформация и изследване на наварените с него слоеве.
6. Разработване на технология за получаване на изнosoустойчиви повърхностни слоеве от дисперсно уякчен материал чрез повърхностно лазерно легиране и изследване на легираните слоеве.

Глава II. Химично метализиране на неметални частици силициев карбид и въглеродни влакна, предназначени за създаване на дисперсно уякчен материал с метална матрица

Уякчаването на металната фаза с частици силициев карбид е от важно значение за подобряване на механичните свойства на металната матрица. С цел усилване на повърхностните връзки между двете фази неметалните частици се метализират. Металното покритие играе двойна роля – от една страна то подобрява адхезията между металната матрица и уякчаващата фаза, от друга – то може да образува твърд разтвор или химично съединение в матрицата и да повлияе върху механичните ѝ свойства [92]. Поради това метализирането на неметалната фаза се извършва с метали, които могат да подобрят механичните свойства на уякчения композит. Медта [135] и никелът [105] са елементи, които широко се използват.

Въглеродните влакна са подходящ за производство на композити материал, който се отличава с много висок модул на еластичност, напълно съизмерим с този на нисковъглеродната стомана. При някои разновидности якостта на сплетените във влакна нишки достига показатели от порядъка на 4000 MPa [116, 50], като в същото време те са средно четири пъти по-леки от стоманата и с около 40% по-леки от алуминия. Въглеродните нишки могат да бъдат използвани за производство на композитни материали с алуминиева матрица.

Изследванията са проведени със следните материали: - Микро частици силициев карбид 7/10 μm ; -Нано частици силициев карбид „Alfa Aesar” – Silicon carbide, β - phase 45 – 55 nm APS Powder, S. A. 70 – 90 m^2/g ; - Въглеродни влакна $\varnothing 7\div 10 \mu\text{m}$, плътност 245 g/m^3 .

Предварителното третиране на неметалната уякчаваща фаза включва: -Активиране на повърхността на SiCp и CFs; - Деагломериране на нано SiCp; - Отстраняване на защитния слой на CFs; - Метализиране на повърхността на SiCp и CFs; - Плакиране с флюс повърхността на SiCp и CFs; - Създаване на устойчив повърхностен филм (SiCp) върху металната матрица.

II.2. Химично метализиране на неметални частици силициев карбид и въглеродни влакна като компоненти на дисперсно уякчен материал с метална матрица.

За метализирането на уякчаващата фаза е използван метода на безтоково химично никелиране, като е разработен **оригинален** химичен разтвор с алкално pH (амоняк) на основата на две никелови соли (сулфат и хлорид).



Фиг. 11.2.2. Никелиране на неметални микро SiCp при нагряване



Фиг. 11.2.3. Никелиране на неметални нано SiCp в ултразвукова вана



Никелирането на микро частици се извършва при нагряване, свързано с постоянно отделяне на газообразен водород и изпаряване на амоняк. Постоянното налягане от отделяния се газообразен водород в реакционната колба поддържа хидравличен затвор в секциите на хладник, който предотвратява изпаряването на амоняк по време на реакцията (Фиг. 11.2.2).

Никелирането на нано частиците се провежда в ултразвукова вана, за да се избегне агломерирането по време на процеса (Фиг. II.2.3). Изваждането на нано частиците се извършва без центрофугиране, като, за да се избегне повторно агломериране на деагрегираните и метализирани микро/нано частици, те се извеждат от емулсията след стабилизирането ѝ с добавен на капки хексан (Pickering emulsion). Хексанът образува защитен слой, който възпрепятства агломерирането на частиците.

Помедняването се извършва върху предварително никелирани микро частици силициев карбид, като се използва отработения разтвор от никелирането им (Фиг. II.2.4).



Фиг. II.2.4. Помедняване на предварително никелирани SiCp



Фиг. II.2.5. Установяване на магнитните свойства на никелирани CFs

Въглеродните влакна са нарязани до дължина 2 - 3 mm и са обработени, като е проведено отстраняване на защитния повърхностен слой, химично—оксидиране, сенсibiliзиране и активиране. Разработваното количество предварително подготвени влакна е по-малко в сравнение с разработваното количество микро частици силициев карбид поради много по-малкото специфично тегло на влакната.

Никелирането на въглеродни влакна се извършва в същата последователност, както никелирането на неметални микро частици силициев карбид при нагряване. Никелирането на въглеродни влакна се извършва при непрекъснато разбъркване на разтвора с магнитна бъркалка, съпроводено с нагряване. При третирането им не се използва допълнителна ултразвукова обработка поради склонността на влакната да образуват „топчета“ от нетъкан текстил.

На фигурата II.2.3 се виждат привлечените от магнитната бъркалка никелирани въглеродни влакна. Придобитите магнитни свойства от немагнитните въглеродни влакна (чист графит) показва наличие на никелсплавно покритие с ниско съдържание на фосфор [80].

Установяване наличието на нанесеното никел-сплавно покритие върху повърхността на частиците е извършено чрез качествени и количествени методи на аналитичната химия: - Качествени реакции за определяне наличието на никел (Ni) и мед (Cu); - Спектрофотометрично определяне на никел (Ni), мед (Cu) и фосфор (P); - Атомно абсорбционен анализ

II.9.1. Резултати от метализирането на неметални частици силициев карбид

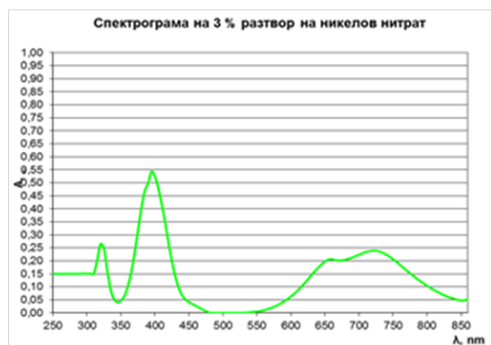
Проведените качествени реакции за никел потвърждават успешно проведеното никелиране на частици силициев карбид в основна среда.

При референтните проби (с неметализирани частици SiC) не се появява характерното оцветяване в червено след прибавяне на диметилглиоксим. Празните проби остават сини.

Реакцията доказва наличието на медни йони в екстракта, т.е. извършено е помедняване след първично никелиране на микро частиците силициев карбид. Референтната (празна проба) неметализирани микро частици силициев карбид не променя цвета си.

II.9.1.3. Резултати от спектрофотометричното определяне на никел в метализирани частици SiCp

При екстрахиране на метализираните частици с азотна киселина се образуват никелов и меден нитрат, които са оцветени съответно в зелен и синьо – зелен цвят. Образуването на тези съединения се потвърждава от спектрограмите (Фиг. II.9.6).



Фиг. II.4.1. Спектрограма на 3% разтвор на никелов нитрат хексахидрат $Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$



Фиг. II.9.6. Спектрограми на никелирани частици силициев карбид

При сравняване на спектрограмите на никеловия нитрат чрез налагане с тези, на екстрактите от четирите проби метализирани дисперсни частици силициев карбид се вижда ясно, че те съвпадат, т.е. покритието върху частиците силициев карбид съдържа никел, който при взаимодействието си с азотната киселина образува никелов нитрат. Абсорбционният максимум е при 395 nm. Височината на пиковите зависи от концентрацията на никеловия нитрат в разтвора, което дава възможност за количествено определяне на никела в нанесеното покритие върху повърхността на дисперсните частици силициев карбид.

Използвайки построената стандартна графика на зависимостта между концентрацията на никеловия нитрат хексахидрат (респективно никела) и измерената екстинкция на разтворите е определено количеството никел в азотнокиселите разтвори на метализираните частици силициев карбид.

Чрез приложената спектрофотометрична методика е определено общото количество никел в покритието на метализираните частици силициев карбид. В таблица II.9.1. са представени резултатите за количествата никел в изследваните метализирани частици силициев карбид, изчислени съгласно уравнение (II.1) от т. II.4.2.5.

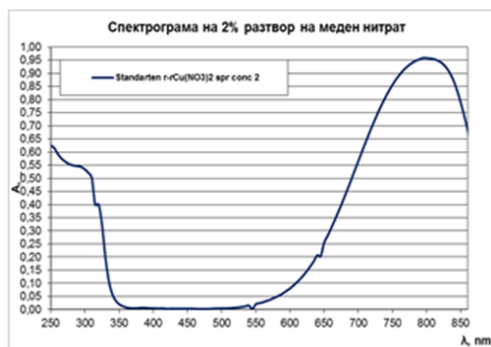
Количеството никел в метализирания слой, нанесен върху микро частиците силициев карбид, никелирани при стайна температура (0,162 g/g) е сходно с установеното при частици, никелирани при нагряване (0,170 g/g). Количеството никел в метализираната повърхност на никелираните микро частици силициев карбид е около един и половина пъти по-голямо в сравнение с установеното при никелираните микро частици. Този резултат е логичен, като се има предвид по-голямата повърхност на микро частиците в сравнение с тази на микро частиците.

Таблица II.9.1. Резултати* от спектрофотометрично определяне съдържанието на никел в метализирани частици силициев карбид

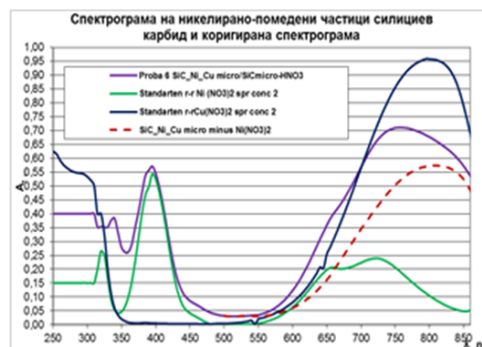
Вид на пробата	Екстинкция- на разтвора Е при 395 nm	Количество Ni(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O, отчетено по стандартната графика, g/10 ml	Количество никел в метализираните SiC _p g/g
Ni-P-SiC _p нано при стайна Т	0.598	0.38	0.257
Ni-P-SiC _p микро при стайна Т	0.647	0.40	0.162
Ni-P-SiC _p микро при нагряване	0,680	0,42	0,170
Ni- Cu- P-SiC _p микро	0.571	0.37	0.149

II.9.1.4. Резултати от спектрофотометрично определяне на мед в метализирани частици SiC_p

При сравняване на спектрограмите на медния нитрат (Фиг. II.5.1.) и тази, на екстракта от пробата никелирано – помеднени микро частици силициев карбид се вижда, че абсорбционният максимум на разтвора на чистата субстанция меден нитрат е при 800 nm, а този на екстракта е при 760 nm (Фиг. II.9.7.).



Фиг. II.5.1. Спектрограма на 2% разтвор на меден нитрат



Фиг. II.9.7. Спектрограми на никелирано – помеднени микро SiC_p

Това разминаване между пиковите се дължи на наличието на никелови йони в екстракта, даващи скрит пик при 720 nm. За маскиране на ефекта от скрития пик (установено припокриване при никеловия нитрат в диапазона 630 – 800 nm) е използван принципът на суперпозиционирането, като кривата на медния нитрат се коригира чрез изваждане на екстинкциите, получени за никеловия нитрат.

След извършената корекция, както се вижда от Фиг. II.9.7, е установено пълно съвпадане на формата на кривите и абсорбционните максимуми при 800 nm, както за коригираната спектрограма от екстракта никелирано – помеднени частици, така и за стандартния разтвор на медния нитрат. Двете криви от спектрограмите са еквилидентни една от друга в обхвата 750 – 850 nm. Това потвърждава наличието на мед в покритието, която при взаимодействието си с азотната киселина образува меден нитрат.

В таблица II.9.2 са представени резултатите за съдържанието на мед в изследваните никелирано - помеднени микро частици силициев карбид, изчислено по уравнение II.2 от т. II.5.2.5.

Таблица II.9.2. Резултати от спектрофотометрично определяне съдържанието на мед в никелирано - помеднени микро частици силициев карбид

Вид на пробата	Екстинкция- на разтвора Е при 800 nm	Количество Cu (NO ₃) ₂ , отчетено по стандартната графика, g/10 ml	Количество мед в метализираните микро SiC _p , g/g
Ni- Cu- P-SiC _p микро	0.293	0.065	0.044

Чрез извършените спектрофотометрични измервания е определено количеството мед в никелирано – помеднени микро частици SiC, което е 0.087 g/g. То е около три пъти по малко в сравнение с определеното количеството никел – 0.224 g/g.

II.9.1.5. Резултати от спектрофотометричното определяне на фосфор

Съдържанието на фосфор при метализирането на частиците е от съществено значение за качеството на покритието. То може да бъде класифицирано в 3 интервала по отношение свойствата на покритието [80]: - Покрития с ниско съдържание на фосфор - между 3 - 5 % - характеризират се с отлична износоустойчивост и корозионна устойчивост в концентрирани алкални разтвори; - Покрития със средно съдържание на фосфор – между 6-9 % - защитата от корозия и износоустойчивостта са достатъчно добри за повечето приложения ; - Покрития с високо съдържание на фосфор – 10 - 14 % - притежават висока пластичност и корозионна устойчивост срещу хлориди и механични напрежения.

Резултатите от спектрофотометричното определяне съдържанието на фосфор в метализирани частици силициев карбид са представени в Таблица II.9.3:

Таблица II.9.3. Резултати от спектрофотометрично определяне съдържанието на фосфор в метализирани частици силициев карбид

Вид на пробата	Екстинкция на разтвора, Е при 430 nm	Количество двуфосфорен петоксид P ₂ O ₅ , отчетено по стандартната графика, mg/100 ml	Количество фосфор в метализираните дисперсни частици, g/g SiC _p
Ni-P-SiC _p нано	0.156	0.40	0.012
Ni-P-SiC _p микро	0.207	0.54	0.009
Ni-P-SiC _p микро при Т ↑	0.220	0,60	0,010
Ni- Cu- P-SiC _p микро	0.313	0.80	0.014

Ако се приеме, че никелът, медта и фосфорът са основните компоненти в метализираните покрития на частиците силициев карбид, съдържанието на фосфор в тях варира между 4.5 – 6.8 %, което съответства на покрития с ниско фосфорно съдържание. В Таблица II.9.4. са обобщени данните от спектрофотометричното определяне на трите елемента в метализирани частици силициев карбид.

Таблица II.9.4. Съдържание на никел, мед и фосфор в покритието на метализирани частици силициев карбид

	Ni-P-SiC _p нано частици	Ni-P-SiC _p микро-частици, метализирани при стайна т-ра	Ni-Cu-P-SiC _p микро частици
Ni, g/g SiC _p ,	0.257	0.162	0.149
Cu, g/g SiC _p	–	–	0.044 (21,3 % от Ni+Cu+P)
P, g/g SiC _p	0.012 (4.5% от Ni+P)	0.009 (5.3% от Ni+P)	0.014 (6.8 % от Ni+Cu+P)

В Таблица II.9.5 са представени данните от атомно-абсорбционния анализ на двата елемента, които са сравнени със спектрофотометричните изследвания. Резултатите, получени по двата метода са много близки. Разликата между двата вида измервания е 5-7 %, поради което може да се приеме, че общото съдържание на никел и мед в метализираните частици силициев карбид (g/g) може да се определи достатъчно прецизно чрез предложените в дисертацията спектрофотометрични методи.

Таблица II.9.5. Сравнителни изпитвания за съдържание на никел и мед в покритието на метализирани частици SiC_p

Вид проба	Кол-ва никел, определени чрез ААС,g/g SiC _p	Кол-ва никел, определени чрез UV VIS спектрофо-тометрия,g/g SiC _p	Грешка
Ni-P-SiC _p нано	0.240	0.257	Δ=0.017 (6,6%)
Ni-P-SiC _p микро	0.152	0.162	Δ=0.010 (6,2%)
Ni-Cu-P-SiC _p микро	0. 141	0.149	Δ=0.008 (5,4%)
Вид проба	Кол-ва мед, определени чрез ААС,g/g SiC _p	Кол-ва мед, определени чрез UV VIS спектрофо-тометрия,g/g SiC _p	Грешка
Ni-Cu-P-SiC _p микро	0.048	0.045	Δ=0.003 (6,0 %)

II.10. Изводи

- ✓ Създаден е разтвор за безтоково (химично) никелиране на микро частици силициев карбид и въглеродни влакна в алкална среда при стайна температура, с който може да се извърши последващо сплавяване на полученото никелово покритие с мед.
- ✓ Разработена е процедура за безтоково (химично) никелиране (Ni-P) на активирани микро и наноразмерни частици силициев карбид в алкална среда с помощта на две никелови соли – никелов сулфат и никелов хлорид (NiSO_4 и NiCl_2). Установено е, че количеството никел върху микро частици силициев карбид, никелирани при стайна температура (0,162 g/g) е сходно с установеното при частици, никелирани при нагряване (0,170 g/g).
- ✓ Предложена е методика за безтоково (химично) никелиране на въглеродни влакна след модифициране на повърхността им.
- ✓ Извършено е безтоково (химично) помедняване на никелираните микро частици силициев карбид (Ni-Cu-P) чрез нагряване, като е използван отработеният разтвор от никелирането с добавяне на други соли.
- ✓ Метализирането на частиците силициев карбид е доказано с качествени химични реакции и количествени спектрометрични методи.
- ✓ Разработена е спектрофотометрична методика за определяне общото съдържание на никел и мед в метализираните частици силициев карбид. Измерените количества от двата метала в металните покрития на частиците са потвърдени с атомно-абсорбционен анализ.
- ✓ Установено е, че с помощта на предложената спектрофотометрична методика достатъчно прецизно може да се определи съдържанието на никел и мед в метализираните частици силициев карбид.
- ✓ Чрез спектрофотометрични измервания е определено и съдържанието на фосфор в нанесените покрития. То варира между 4,5 – 6,8 %, което съответства на покрития с ниско фосфорно съдържание.

Глава III. Разработване на методика за подготовка на микро/ нано частици и въглеродни влакна за изследване чрез сканираща електронна микроскопия

Методът сканираща електронна микроскопия (SEM) предоставя добра възможност за наблюдаване на микроструктурата (зърна, частици, фази, дефекти и пр.), както от подготвени (полирани и разядени) за оптична микроскопия металографски шлифове, така и от неравни повърхности (ломове, необработени повърхнини и пр.), като позволява тя да бъде характеризирана в детайл [47]. Съвременните сканиращи електронни микроскопи постигат разделителна способност в диапазона 2 - 5 nm и са оборудвани с вграден рентгенов микро анализатор, който позволява и едновременно извършване на химичен анализ. Подготовката за изследване на обемни материали и прахове със методите на сканираща електронна микроскопия е опростена и лека [41]. Въпреки това директното изследване на прахообразен микро и нано материал чрез сканираща електронна микроскопия изисква внимателен подход, поради опасността от замърсяване на вакуумната камера и детекторите от разпрасен материал, попаднал в нея при електронното сканиране.

III.1. Разработване на методика за препариране (подготовка) на образци за SEM анализ

Методиката се основава на нанасяне на повърхностен слой с микро/ нано частици силициев карбид и въглеродни влакна върху заготовки от технически чист алуминий и следващо вбиване на частиците и влакната в алуминиевата матрица.

III.1.2.1. Термомеханична обработка на частите на съставната заготовка (изходните заготовки от технически чист алуминий) чрез реализиране на студена пластична деформация със следващо рекристализационно отгряване

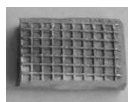
От листов материал (технически чист алуминий) с дебелина 1 и 3 mm се изрязват пластини с размери: ширина 7.5 mm и дължина 10 mm под формата на пластини.

Уточняването на размерите, както и изравняването повърхността на отделните елементи се извършва чрез студена пластична деформация. Пластините се калиброват или върху тях се вбива релефна повърхност. Изравняването на повърхността е необходимо, както за нанасяне на слоя, съдържащ уякчаващите частици от SiC, така и за по-точно прилепване на двете пластини при обединяването им. Инструментът за калиброване е със затворено деформационно пространство и се състои от неподвижна матрица с размери на отвора 10 mm x 50 mm, подвижен поансон и неподвижен контра поансон

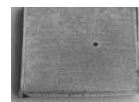
Вбиването на релефна повърхност се извършва с подвижен поансон от закалена стомана с изрязана квадратна мрежа, с размер на клетките 0.70 mm x 0.70 mm, дълбочина на изрязване 0.25 mm и ширина 0.30 mm (Фиг. III.1.1.). Негативната релефна повърхност цели задържането на обмската в клетките на мрежата.



а) заготовки от технически чист Al



б) изрязани пластини 10 x 7.5 mm



Фиг III.1.2. Обработка на заготовките от технически чист алуминий

Калиброваните студено деформирани изходни заготовки от технически чист алуминий се нагряват в електросъпротивителна пещ при температура 270°C, задържат се 30 min и се оставят да се охладят с пещта.

III.1.2.2. Химична обработка на повърхността на заготовките от технически чист алуминий

Подготовката на повърхността в общия случай включва няколко основни операции: - предварително почистване на повърхността – отстраняване на масло и други замърсители – използват се разтворители или механично обработване (шкурки, метални четки и пр.); - окончателно обезмасляване в различни по състав и свойства разтвори, като за обезмасляване на алуминий и алуминиеви сплави се използват основни разтвори; - отстраняване на окисния слой – механично или по химичен път (разяждане с киселини); - пасивирание на повърхността с цел предотвратяване повторното образуване на окисен слой, което я предпазва за определен период от време; - промиване (изплакване), за изплакване се използва разтвор спирт и вода, като е препоръчително да се използва само етилов/ метилов алкохол; - сушене в камера или с топъл въздух при температура до 75°C; - контрол на повърхността.

III.1.4. Изготвяне на дисперсно армирани образци от технически чист алуминий за SEM/EDX анализ

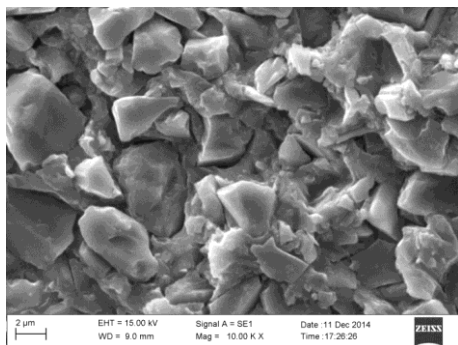
Изготвянето на дисперсно армирани образци от технически чист алуминий за SEM/EDX анализ на частици се извършва в следните етапи (Фиг. III.1.5): - предварително нагряване на обезмаслените и пасивирани релефни заготовки при температура от 50°C до 70°C; - нанасяне върху повърхността на релефните заготовки слой пастообразна смес съответно от: никелирани микро частици силициев карбид, никелирани нано частици силициев карбид, никелирано–помеднени микро частици силициев карбид, заедно с подходящо количество етанол/ хексан; - сушене на на стайна температура до частично изпаряване на разтворителя; - покриване на така подготвените релефни заготовки (3 mm) със заготовките с гладка повърхност (1 mm) с цел създаване на заготовка тип „сандвич“ със сърцевина – слой от метализирани частици; - реализиране на студена пластична деформация с цел уплътняване на прахообразната смес и вбиване на метализираните частици в алуминиевата матрица; - отстраняване на излишния слой до визуално достигане до изпъкналите стени на мрежата; - калиброване повърхността на релефните заготовки; - рекристализационно отгряване на така изготвените образци тип „сандвич“; - ултразвуково почистване на образците в етанол за около 15 мин. и отстраняване на незакрепените частици силициев карбид; - сушене на образците.



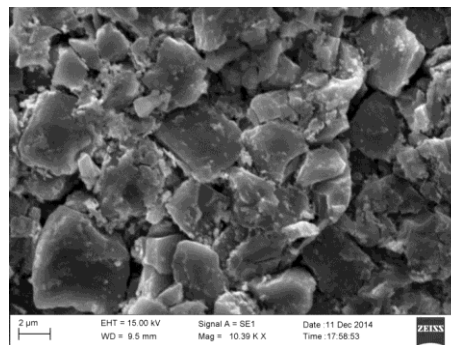
Фиг. III.1.5. Етапи от изготвянето на образци за SEM/EDX анализ

Успоредно се изготвя и нулев образец с прикрепени (вбити) към него неметализирани микро частици силициев карбид.

III.3.1.1. Резултати от металографски наблюдения на препарирани частици със сканираща електронна микроскопия



Фиг. III.3.1. Необработени микро SiCp

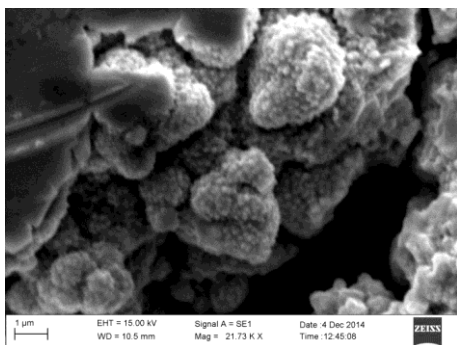


Фиг. III.3.2. Никелирани микро SiCp

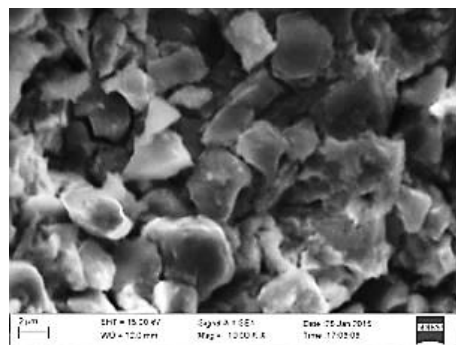
На показаните снимки (фигури III.3.1, III.3.2, III.3.3 и III.3.4) се наблюдава, морфологията на повърхността, формирана от уплътнените и вбити върху алуминиевата подложка частици от микро/нано силициев карбид, ясно се различава формата и размера на частиците, без да се влошава качеството изображенията.

Препарираните неметализирани микро частици силициев карбид са показани на фиг. III.3.1. Частиците, заедно с част от алуминиевата матрица, образуват неравна повърхност, наблюдават се оформени кристали с неправилна разнообразна форма и размери.

На фиг. III.3.2 е показана морфологията на препарираните никелирани микро частици силициев карбид. Частиците образуват повърхност, подравнена при уплътняването и сбиването им. Те са характеризират с неправилна форма с остри ръбове и разнороден фракционен състав. Върху изследваната повърхност се наблюдават отделни натрупвания от уплътнените частици с деформирано никел-сплавно покритие.



Фиг. III.3.3. Никелирани nano SiCp



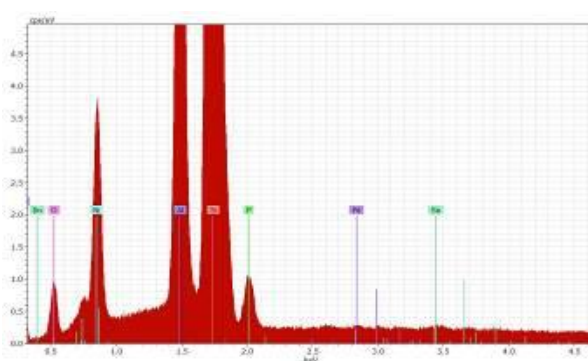
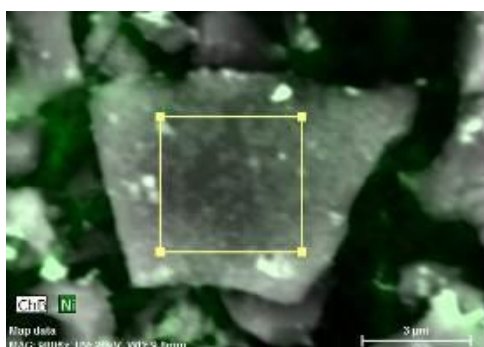
Фиг III.3.4 Никелирано-помеднени микро SiCp

Морфологията на препарираниите никелирани nano размерни частици силициев карбид, вградени в алуминиевата подложка, при различни увеличения, е показана на фиг. III.3.3. За разлика от микро частиците те се характеризират като агломерати с правилна сферообразна форма и са със закръглени ръбове при почти еднороден фракционен състав. При вбиването им в алуминиевата матрица се получава прекомерното им уплътняване в доста широки зони.

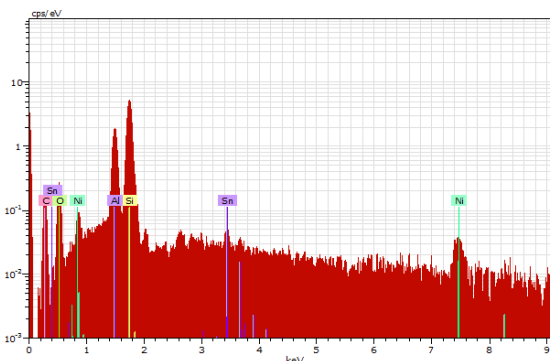
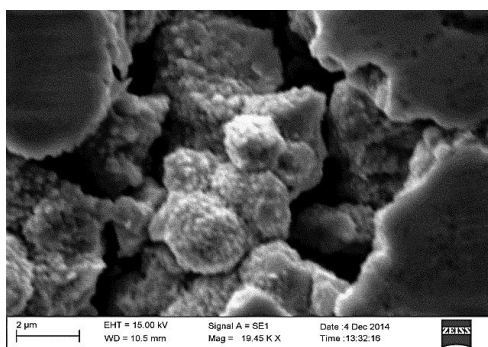
На фиг. III.3.4 е показана морфологията на препарираниите никелирано-помеднени микро частици силициев карбид.

III.3.1.2. Резултати от проведения рентгенов енергийно дисперсионен микроанализ (EDX) на препарирани частици

На фиг. III.3.5 е показано картирано изображение на повърхността на никелирана микро частица от SiC и регистрирания спектър от заштрихования участък. Микроанализът показва наличието на елементите O, Ni, Al, Si и P.



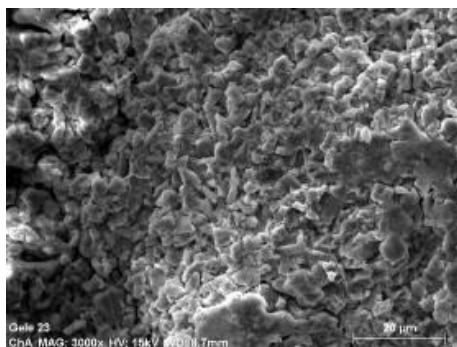
Фиг III.3.5 Рентгенов енергийно дисперсионен микро анализ на никелирани микро частици SiCp



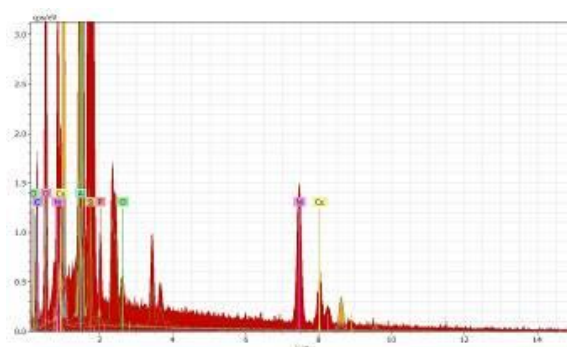
Фиг III.3.6 Рентгенов енергийно дисперсионен микро анализ на никелирани nano SiCp

На фиг. III.3.6 е представена зона от подготвен за изследване образец от никелирани nano частици силициев карбид. Проведен е рентгенов енергийно дисперсионен микроанализ (EDX). Установено е наличието на елементите Al, Si, C, O, Ni, и Sn.

На фиг. III.3.7 е представена зона от подготвен за изследване образец от никелирано-помеднени микро частици. Върху повърхността на представената зона е проведен рентгенов енергийно дисперсионен микроанализ (EDX). Установено се наличието на елементите C, O, Ni, Cu, A и Si.

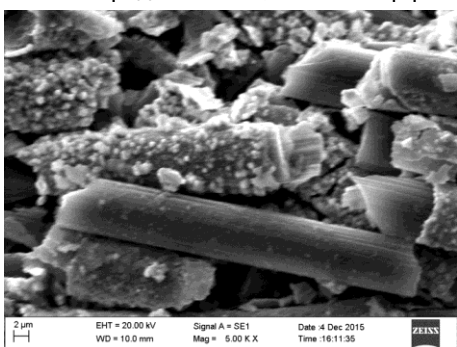


Фиг. III.3.7 Рентгенов енергийно дисперсионен микро анализ на никелирано-помеднени SiCr

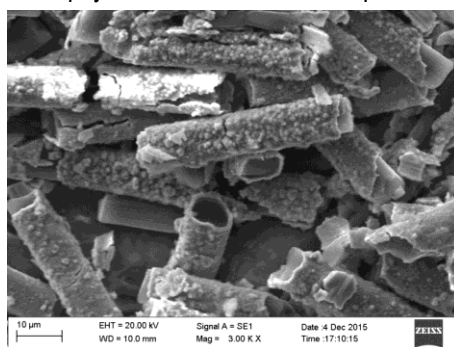


III.3.2. Резултати от проведените металографски изследвания на никелирани въглеродни влакна със SEM и EDX

На показаните по долу снимки се наблюдава, морфологията на повърхността, формирана от уплътнените и вбити върху алуминиевата подложка никелирани въглеродни влакна. Различават се формата и размерите на нарязаните въглеродни влакна, както и морфологията на нанесеното върху тях никел-сплавно покритие.

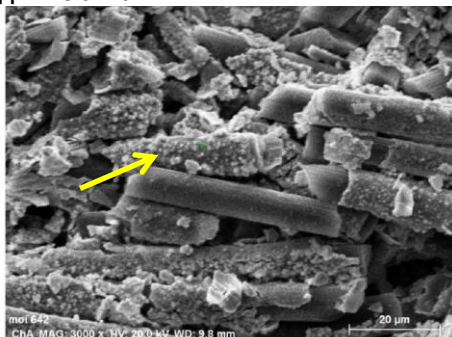


Фиг. III.3.9 Никелирани въглеродни влакна



Фиг. III.3.10. Напречни сечения на никелирани въглеродни влакна

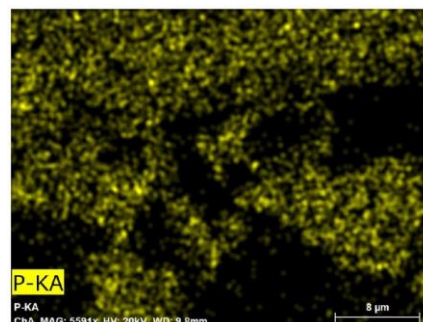
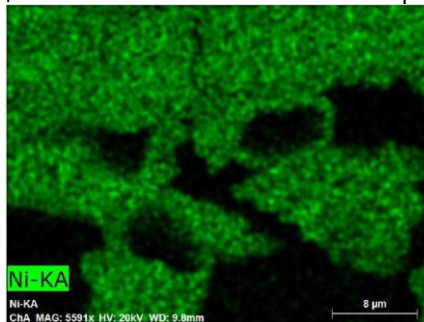
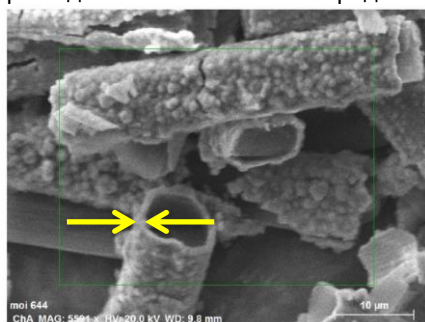
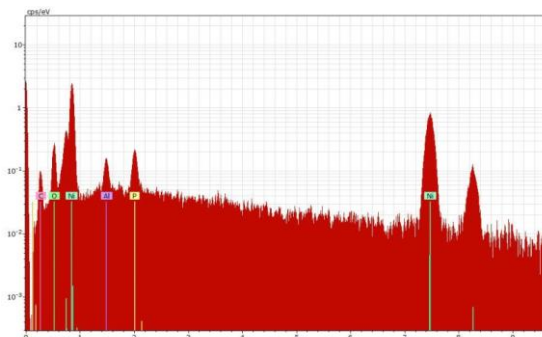
III.3.2.2. Резултати от проведения рентгенов енергийно дисперсионен микроанализ (EDX) на никелирани въглеродни влакна



Фиг. III.3.11. Рентгенов енергийно дисперсионен микро анализ на препарирани влакна с нанесено никелово сплавно покритие

При проведения рентгенов енергийно дисперсионен микроанализ (EDX) в изследваната точка от повърхността на едно от влакната с нанесено никелово сплавно (Фиг. III.3.11) покритие се установява наличието основно на Ni, както и на елементите P, C, O и Al.

При проведения рентгенов енергийно дисперсионен микроанализ (EDX) върху изследвана повърхност от образец с надлъжно препарирани никелирани влакна се установява наличието на елементите Ni и P от нанесеното върху влакната никел-сплавно покритие и елемента въглерод - в местата с разрушено покритие. Така подготвените проби дават възможност за определяне дебелината на никел-сплавното покритие.



Фиг. III.3.14 EDX (елементи Ni, P и C) на напречно разположени влакна с нанесено никел-сплавно покритие

Разработената методика за подготовка на дисперсно армирани образци от технически чист алуминий, обхващаща техниките за прикрепване на прахообразните частици и никелирани въглеродни влакна върху подложка от мек листов метал (технически чист алуминий), позволява да бъдат изследвани дисперсни материали чрез сканираща електронна микроскопия (SEM) и рентгенов енергийно дисперсионен микроанализ (EDX).

Извършена е подходяща термомеханична обработка на заготовките (подложките) от технически чист алуминий и химична обработка на повърхността им. Реализирани са конкретни практически решения при термомеханична и химична обработки, включващи студена пластична деформация (калиброване и вбиване на негативна релефна повърхност).

Извършено е предварително частично отлагане на метализираните нано частици върху алуминиевата подложка по време на никелирането в условията на магнитно бъркане, заменящо студената пластична деформация, а следващото им вбиване е извършено при по-ниско контактно налягане.

Реализираното препариране е приложено за никелирани въглеродни влакна върху алуминиева подложка, но при използване на заготовки с гладка повърхност и по-ниско контактно налягане.

Установено е, че получената повърхност от уплътнени и вбити върху алуминиевата подложка частици от микро/нано силициев карбид и никелирани влакна в матрица от технически чист алуминий, както и липсата на свързващо вещество, позволява пълно характеризиране на тяхната морфология и химичния им състав.

При проведения рентгенов енергийно дисперсионен микроанализ (EDX) са потвърдени изводите от глава II, относно наличие на никел-сплавно и никел-мед сплавно покритие, установени чрез спектрофотометричен и атомно абсорбционен анализ. Чрез картирано изображение на повърхността на никелирана микро частица от SiC е установено наличието на елементите Ni и P. Чрез картирано изображение на повърхността на образца с никелирано-помеднени микро частици е установено наличието на елементите Ni и Cu.

Разработената методика позволява определяне, както на формата и размерите на въглеродните влакна, така и на морфологията на нанесеното върху тях никел-сплавно покритие. Така подготвените проби са подходящи, както за определяне дебелината на никел-сплавното покритие, така и за визуално определяне на местата за провеждане на рентгенов енергийно дисперсионен микроанализ. Показана е морфологията на напречното сечение на никелираните въглеродни влакна, като е установена дебелината на никеловото покритие (около 0.5 μm), което е равномерно нанесено и обхваща изцяло повърхността на влакното. При проведения рентгенов енергийно дисперсионен микроанализ (EDX) върху изследвана повърхност от надлъжно препарирани никелирани влакна се установява наличието на елементите Ni и P от нанесеното върху влакната никел сплавно покритие, както и наличието на елемента C в местата с разрушено покритие и оголени влакна.

III.4. Изводи

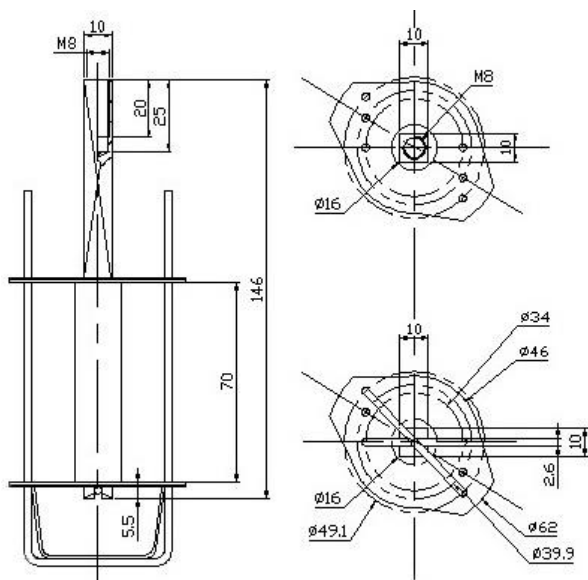
- ✓ Реализиран е нов подход за подготовка (препариране) на дисперсни материали и въглеродни влакна при изследването им чрез сканираща електронна микроскопия (SEM) и рентгенов енергийно дисперсионен анализ (EDX) с помощта на повърхностно дисперсно армирани образци с микро/ нано частици силициев карбид и никелирани въглеродни влакна без използване на свързващо вещество.
- ✓ Приложената методика за подготовка на прахообразните материали и въглеродни влакна позволява определянето характеристиките на тяхната морфология, структура и химичен елементен състав, съпоставими с останалите използвани методи за анализ (спектрофотометричен и атомно абсорбционен).
- ✓ С разработената методика е потвърдена ефективността на химичното безтоково никелиране на микро/нано частици силициев карбид при стайна температура в алкална среда с две никелови соли (никелов сулфат и никелов хлорид), както и последващото помедняване на частиците при добавяне на меден сулфат към разтвора.
- ✓ Потвърдена е ефективността на разработения разтвор на основата на две соли за получаването на плътно никел-сплавно покритие с оптимална дебелина върху предварително третиранни въглеродни влакна.

Глава IV. Изследване на възможността за получаване на дисперсно уякчен материал с алуминиева матрица чрез въвеждане на уякчаващата фаза в течно състояние на матрицата

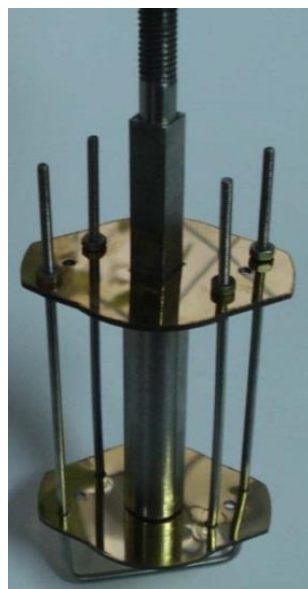
Разгледани са следните металургични методи за въвеждане на уякчаващата фаза: - Леене под налягане с хоризонтална студена камера и леене във вакуумирани пясъчни форми – V процес (вносяне на уякчаващата фаза под формата на обмазка); - Съвместно механично разбъркване на стопилка и метализирани частици – метод VORTEX; - Кристализация в условията на механични вибрации (вибрационно леене) на съставни заготовки, предварително уплътнени чрез пластична деформация.

IV.2. Получаване на дисперсно уякчен материал с алуминиева матрица чрез въвеждане на уякчаващата фаза от микро/нано частици SiC при механично разбъркване на стопилка

Уякчаващата фаза се въвежда в технически чист алуминий, който се разтопява в специализиран стенд за интензивно разбъркване на стопилка по метода VORTEX. Стендът се състои от: електросъпротивителна пещ с капак и фиксирана към него пота; електродвигател с управляеми обороти; стойка за закрепване и вертикално движение (нагоре-надолу) на двигателя; модул за електронно управление на оборотите на двигателя - от 0 до 1800 об/мин; вертикална бъркалка със звънец за въвеждане на уякчаваща фаза (фиг. IV.2.2., фиг. IV.2.3.).



Фиг. IV.2.2. Чертеж на вертикална бъркалка



Фиг. IV.2.3. Вертикална бъркалка без и със стопяема чашка



Алуминиевата стопилка се прегрява до 800 – 950°C, рафинира се с ДЕГАЛ, внесен чрез звънец и се предизвиква дегазирание и следващо шлакоотделяне. Огледалото от течен метал се почиства механично преди внасянето на частиците. Вертикалната бъркалка и метализираните частици се подгряват до около 250°C, непосредствено преди разбъркването, като престояват известно време в пещта - над потата с течния метал. Потопяването на бъркаката в стопилката се извършва постепенно с едновременно въртене на много ниски обороти (30-40 об/мин). При достигане в долно положение оборотите се увеличават до 200-250 об/мин и пещта се затваря отгоре с капак. Разбъркването на стопилката продължава от 5 до 10 минути, по време на което метализираните частици се смесват, умократ се от алуминиевата матрица и преминават през стопилката, преди да изплуват на повърхността на метала под формата на шлака.

IV.3.1. Плакиране на SiCr и разработване на флюс, предназначен за получаване на дисперсно уякчен материал повърхностно или обемно легиране

Използваните при алуминиевите флюсове съставки изпълняват различни функции и представляват механични смеси, образуващи нискотопима евтектика. Използваният флюс е на основата на NaCl и KCl с добавени криолит Na_3AlF_6 и MgCl_2 . Тези четири съставки представляват прахообразна „суха“ смес, чийто компоненти имат различни свойства по отношение на разтворимостта във вода и температурата на топене.

Целта на плакирането е да се получи покритие от флюс върху метализираните SiCr и/или въглеродни нишки при използване различната разтворимост на неговите компоненти във вода. Това се реализира при третиране на повърхността им чрез последователно нанасяне на двете основни съставки на флюса (водонеразтворимата и водоразтворимата) върху тях и следващо нанасяне върху пластините от алуминиева сплав, които предстои да бъдат деформирани и претопени.

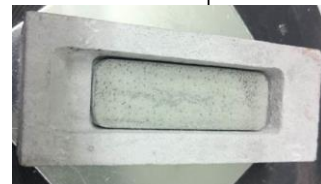
Окончателното изсушаване и изпичане на нанесения слой SiCr с флюс се извършва при температура над 550°C (температурата на електросъпротивителната пещ е 650°C) до получаване на нов плакиран филм върху повърхността на частиците (Фиг. IV.3.2.). Съставките на флюса (MgCl_2 , NaCl, KCl и Na_3AlF_6) образуват нискотопима евтектика, която има зеленикав цвят, а излишните соли изплуват под формата на бели петна (фиг. IV.3.3.). Част от тази евтектика, съдържаща и криолит, остава по повърхността на частиците, които потъват в нея и достигат до повърхността на метала. Нанесеният слой SiCr с флюс защитава също и повърхността на алуминиевата сплав от допълнително окисляване при окончателното му изсушаване и изпичане в електро съпротивителната пещ.



Фиг. IV.3.1. Снимка на обмазан образец



IV.3.2. При нагряване на 450°C



IV.3.3. След нагряване до 550°C

IV.3.2. Кристализация в условията на механични вибрации (вибрационно леене) на съставни заготовки, получени чрез пластична деформация

Температурата на топене на базовия метал (алуминиева сплав или технически чист алуминий се достига в електросъпротивителна пещ. Заготовката е съставна и съдържа междинен слой от флюс с микро частици (в пропорции съгласно предните точки). След окончателно разтопяване на метала, ако частиците не са задържани в слой метал и флюс, биха изплували като шлака на повърхността на стопилката. При липса на механични въздействия те остават в

нея и след кристализиране, но оформят ясен слой който разделя механично двете части на съставната заготовка, дори и след разтопяването ѝ. Разрушаването на непрекъснатия слой от частици и флюс може да бъде реализирано само чрез допълнително въздействие (в случая механични вибрации извън ултразвуковия диапазон) върху стопилката.

Механичните вибрации на кристализиращата стопилка са провеждат на специализирания стенд (Фиг. IV.3.5.), състоящ се от: вибрационна маса за стръскване на насипни материали; електронен пулт за дистанционно управление; приспособление за прикрепяне/притискане на чугунената кокила върху масата; чугунена кокила с нанесена топлоизолация.



Фиг. IV.3.5. Вибрационен стенд за стръскване на насипни материали Matest S238-10

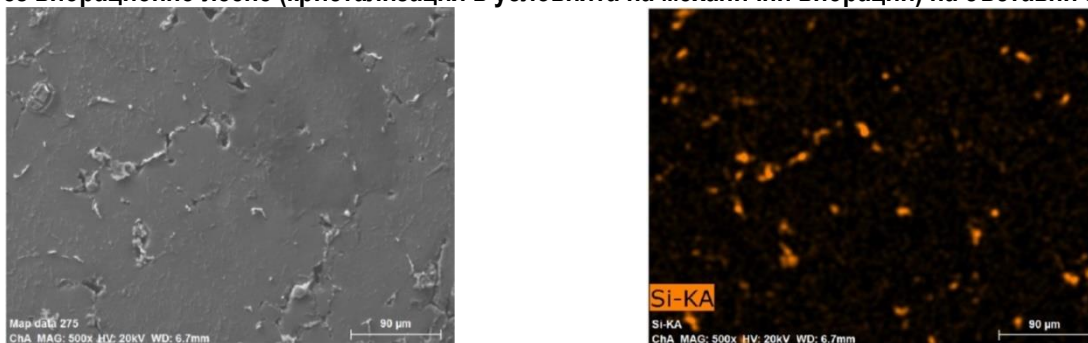
Вибрационната маса Matest S238-10 е с възможности за вертикално движение с честота на вибрациите от 3600 rpm (60 Hz) и максимална амплитуда до 0.64 mm. Плотът на масата е закрепен върху основата чрез еластични опори. Модулът за електронно управление на вибрациите е свързан с електрически двигател, прикрепен към долната страна на масата, който извършва механични трептения с амплитуда - от 0.05 до 0.64 mm.

Пластините с нанесения и обработен слой от плакирани частици се покриват с предварително калибровани и обезмаслени пластини от деформируема алуминева сплав (6082) или технически чист алуминий, след което се деформират в пакет до получаване на съставна заготовка. Вбиването на междинния слой от частици и флюс се извършва в затворено деформационно пространство. Съставните заготовки се поставят в обмазана кокила и се нагряват в електросъпротивителна пещ до температура 680 - 720°C, като се изчака около 20 минути до пълното разтопяване и прегряване на стопилката.

Следва механично стръскване при около 50 Hz и амплитуда до 0.5 mm до окончателно кристализиране на стопилката и връщане в пещта до ново разтопяване (около 20 минути), а при необходимост се извършва ново стръскване на кокилата със стопилката. След извършване на последното стръскване кокилата се връща в пещта и се изчака до пълното разтопяване на метала.

В резултат на механичното вибриране на стопилката се получава разкъсване на изпечения междинен слой без достъп на кислород, както и следващо умокряне и навлизане на плакираните частици в течния метал. На дъното, върху обмазката на кокилата, се получава слой от утаени части от окисния слой (това което е останало след взаимодействието му с флюса), както и част от метализираните неумокрени от матрицата частици.

IV.5.3. Резултати от проведените със SEM и EDX изследвания на монолитен дисперсно уякчен материал, получен чрез вибрационно леене (кристализация в условията на механични вибрации) на съставни заготовки



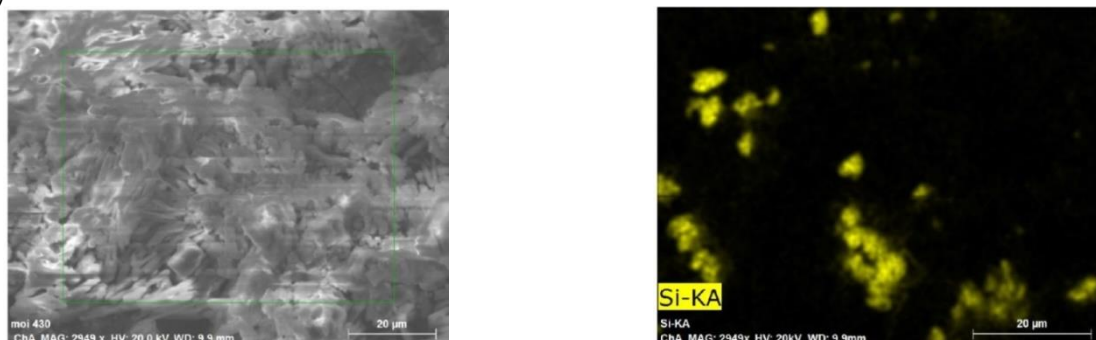
Фиг. IV.5.7 EDX (елементи Si, Ni, Na) на шлиф от дисперсно уякчен материал с плакирани SiCr в алуминева сплав (6082), получен чрез вибрационно леене

При недостатъчно прегряване на стопилката и подбрана сплав с широк интервал на кристализация (алуминева сплав 6082), под действието на механичната енергия на вибрациите се извършва раздробяване на нарастващите кристали. Кристализацията при тези температури, свързана с раздробяването на нарастващите кристали, е причина за образуване на груба механична смес (Фиг. IV.5.6.).

Образуваната груба механична смес е свързана с поява на неплътности "металодефицитни области" с липса на основния метал Al в структурата на метала, както и наличие на неметални включвания в тези неплътности, съставени от флюс и метализирани частици силициев карбид (Фиг. IV.5.8.).

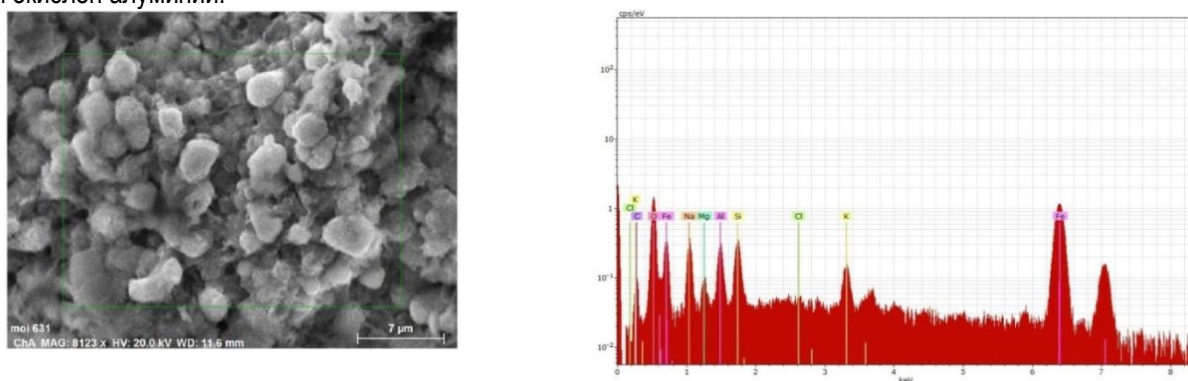
При прегряване на стопилката в технически чистия алуминий и в сплавта, под действието на механичната енергия на вибрациите се извършва раздробяване на нарастващите кристали и разпределяне на частиците между тях. Кристализацията на прегрялата стопилка води до образуване на фина механична смес.

Върху повърхността на представената зона е проведен и рентгенов енергийно дисперсионен микроанализ (EDX), при което се установява наличието на елементите Si, F и Mg от частиците и флюса по границите на зърната, където Al е с по-малка плътност (Фиг. IV.5.11.). При проведения рентгенов енергийно дисперсионен микроанализ (EDX) е установено наличието на елементите Si, Ni и Na в алуминиево сплавната матрица, получена чрез леене (стопяване и вибриране).



Фиг. IV.5.11. EDX (елементи Si, F и Mg) на матрица от технически чист алуминий с плакирани частици SiC в метална матрица, получена чрез вибрационно леене

На фигура IV.5.13. е показано картирано изображение на дъното на отливка от технически чист алуминий, получена чрез вибрационно леене, с нанесена уякчаваща фаза от метализирани микро частици (SiCp), свързани с флюс и окислен алуминий.



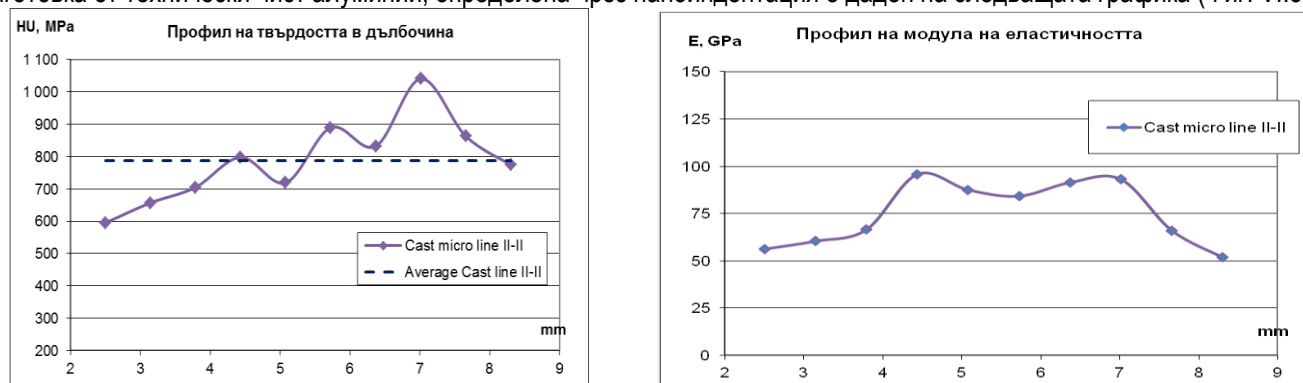
Фиг. IV.5.13. Рентгенов енергийно дисперсионен микро анализ на „кората“ върху дъното на отливка технически чист алуминий, получена чрез вибрационно леене

Микроанализът на регистрирания спектър от зазрихования участък показва наличието на елементите Al, Si, C, O, K, Mg, Na и Fe.

VI.5.4. Резултати от проведеното изпитване на твърдост на дисперсно уякчен материал, получен чрез кристализация в условията на механични вибрации

Отчетените при измерванията на дисперсно уякчен материал, получен чрез вибрационно леене (кристализация в условията на механични вибрации) на съставни заготовки от технически чист алуминий чрез наноиндентация параметри и механични характеристики са дадени по долу.

Изменението на нанотвърдостта в дълбочина на кристализирала в условията на механични вибрации съставна заготовка от технически чист алуминий, определена чрез наноиндентация е даден на следващата графика (Фиг. VI.5.1).



Фиг. VI.5.1. Профил на нанотвърдостта и модула на еластичността в дълбочина на кристализирала в условията на механични вибрации съставни заготовки

Измерената средна стойност на твърдостта в отливката е $HU = 788$ MPa, но е с голяма разлика в дълбочина. Измерената минимална твърдост от $HU = 595$ MPa е на повърхността, а достигната максимална твърдост от $HU = 1041$ MPa се намира при дъното на отливката. Определената средна стойност на твърдостта на основния метал (технически

чист алуминий) е около $HU = 320 - 340$ МПа. Модулът на еластичност нараства и има по-високи стойности в средата на отливката.

Установеното нарастване на твърдостта на кристализирала в условията на механични вибрации съставна заготовка от технически чист алуминий е около 2.3 - 2.5 пъти по-висока от тази на технически чистия алуминий, което се дължи на умокрената по време на кристализацията уякчаваща фаза от никелирани микро частици SiCp. Неравномерността на разпределението на твърдостта се дължи на неравномерното разпределение на частиците около и под зоните на съставната заготовка с имплантирана между пластините уякчаваща фаза.

IV.6. Изводи

- ✓ Разработена е конструкция на вертикална бъркалка със стопяема чашка, съдържаща неметалната фаза, за механично разбъркване на стопилката и метализираните частици по метода VORTEX.
- ✓ Извършено е плакиране на метализирани микро/нано и частици SiCp чрез последователно нанасяне съставките на покривен флюс за алуминиеви сплави с водонеразтворима съставка (криолит) и три соли. Получен е устойчив филм, образувал евтектика, предотвратяваща окисляването на алуминиевата матрица, подходящ за повърхностно или обемно претопяващо легиране.
- ✓ Проведени са изследвания със SEM и EDX на образци с плакирани с флюс частици SiCp изготвени по разработената методика.
- ✓ Получен е дисперсно уякчен материал с алуминиева матрица чрез обемно претопяващо легиране, реализирано чрез метода кристализация в условията на механични вибрации.
- ✓ Изследвани са структурата и състава на монолитен дисперсно уякчен материал, получен по метода кристализация в условията на механични вибрации със сканираща електронна микроскопия и рентгенов енергийно дисперсионен микроанализ.
- ✓ Установено е двукратно повишаване на твърдостта на кристализиралата в условията на механични вибрации съставна заготовка от технически чист алуминий, дължащо се на усвоената уякчаваща фаза от никелирани микро частици SiCp.

Глава V. Получаване на износоустойчив повърхностен слой от дисперсно уякчен материал върху алуминиева матрица чрез наваряване в защитна газова среда

В настоящата глава са представени за изследване износоустойчиви повърхностни слоеве от дисперсно уякчен материал върху матрица от технически чист алуминий. Слоеве са получени в защитна газова среда чрез МИГ и ВИГ методи на наваряване. За добавъчен материал е използван стандартен заваръчен тел.

Наваряването е извършено върху предварително обработената повърхност на подложки от технически чист алуминий с нанесен устойчив филм, съдържащ метализирани микро/ нано частици силициев карбид, плакирани с флюс.

V.1.2 Нанасяне на устойчив филм от плакирани с флюс, метализирани SiCp върху повърхността на подложки от технически чист алуминий

Създаването на устойчив повърхностен филм от плакирани частици (Фиг. V.1.1) при наваряване в защитна газова среда осигурява:

- Защита на наваряваната повърхност от окисляване като реагира с окисния слой, който се отделя под формата на шлага при кристализацията на шева;
- Достатъчно добра електропроводимост при разтопяването си;
- Закрепването на микро/ нано частиците върху повърхността на основния метал по време на протичане на процеса на наваряване;
- Умокрянето на частиците, навлизането им в металната стопилката от течната вана с цел получаване на дисперсно уякчено покритие.

Изготвени са образци от технически чист алуминий с нанесен повърхностен филм от плакирани метализирани микро и нано частици силициев карбид (Фиг. V.1.1), както и нулев образец – подложка от технически чист алуминий с предварителна химична обработка на повърхността, но без нанесен филм.



а) след изсушаване



б) след изпичане

Фиг. V.1.1 Образци с нанесен повърхностен филм от плакирани с флюс, метализирани микро/ нано SiCp

Изпичането на нанесения повърхностен филм се осъществява при температура над 550°C, вследствие на което съставките на флюса (MgCl_2 , NaCl , KCl и Na_3AlF_6) образуват нискотопима евтектика.

V.2. Получаване на изнosoустойчив повърхностен слой от дисперсно уякчен материал чрез наваряване в защитна газова среда върху основен метал (технически чист алуминий) с предварително нанесен филм, съдържащ метализирани и плакирани с флюс микро/ нано частици

Като изходни материали са използвани плакирани с флюс, никелирани микро частици силициев карбид и подложки от технически чист алуминий с размери 60 mm x 35 mm и дебелина 6 mm с предварително обработена повърхност. Наваряването е извършено по метода МИГ със заваръчен апарат „ЕРИДАН“ 210 в защитна среда от аргон. За добавъчен материал е използван заваръчен тел с диаметър Ø1.2 mm и с химичен състав AlMg4.5 (без Si). Подбраният тел е без съдържание на Si с цел да не се повлияят резултатите при регистрирането на частиците SiCp при рентгеновия енергийно дисперсионен микроанализ (EDX).

Нанесени са последователното четири слоя върху обработената повърхност на подложката от технически чист алуминий, която е с предварително нанесен филм, съдържащ плакирани с флюс, никелирани микро частици SiC (Фиг. V.2.1).



Фиг. V.2.1 Пробен образец при наваряване (МИГ) върху подложка с предварително нанесен филм, съдържащ никелирани микро SiCp, плакирани с флюс

Технологичните параметрите на наваряване по метода МИГ са следните: - сила на заваръчния ток 140 A; - напрежение 20 V.

V.2.2. Наваряване по метода ВИГ върху подложки от технически чист алуминий с предварително нанесен филм, съдържащ никелирани и покрити с флюс микро/ нано частици силициев карбид

Като изходни материали са използвани плакирани с флюс, никелирани микро и нано частици силициев карбид и подложки от технически чист алуминий с размери 60 mm x 35 mm и дебелина 6 mm с предварително обработена повърхност. Наваряването е направено по метода ВИГ със заваръчен апарат HELIARC 353i в защитна среда от аргон. За добавъчен материал е използван заваръчен тел с диаметър Ø3.2 mm и с химичен състав (AlMg4.5Mn).

Нанесени са последователното четири слоя (с изчакване от около 3 минути между всеки от тях) върху обработената повърхност на подложката от технически чист алуминий, която е с предварително нанесен филм, съдържащ плакирани с флюс, никелирани микро/ нано частици SiC (Фиг. V.2.2).



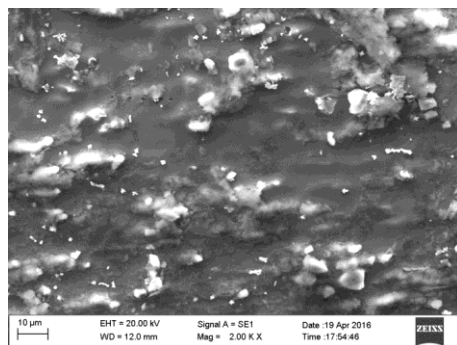
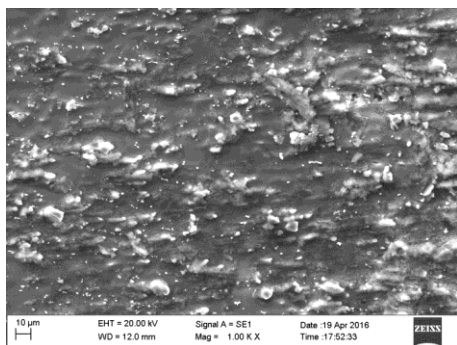
Фиг. V.2.2 Пробен образец по време на процеса на наваряване (ВИГ) върху подложка с предварително нанесен филм, с никелирани микро/ нано SiCp, плакирани с флюс

Технологичните параметрите на наваряване по метода ВИГ са следните: - сила на заваръчния ток 90 - 93 A; - напрежение 14 - 15 V.

Успоредно е изготвен и нулев образец - без нанесен филм. Използван е същия добавъчен материал - заваръчен тел с диаметър Ø3.2 mm и с химичен състав (AlMg4.5Mn).

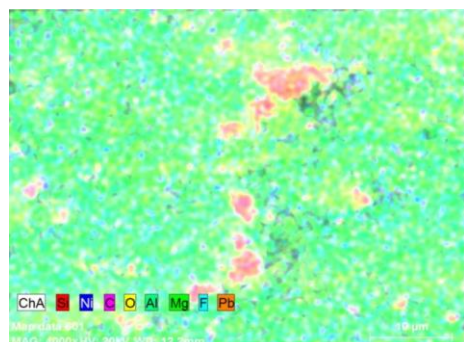
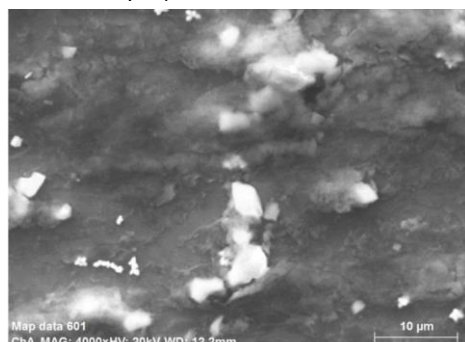
V.4.2. Резултати от проведените чрез SEM и EDX изследвания на морфологията и структурата на наварените слоеве

В напречното сечение на наварените по метода МИГ образци с предварително нанесен филм, съдържащ никелирани и покрити с флюс микро частици SiC, са видими групи от микро частици (около 5 - 10 μm), които са умокрени от алуминиево сплавната матрица. Те са с остри неправилни (начупени) форми, част от които са издадени над повърхността на металната матрица и образуват показания на Фиг. V.4.7 релеф.



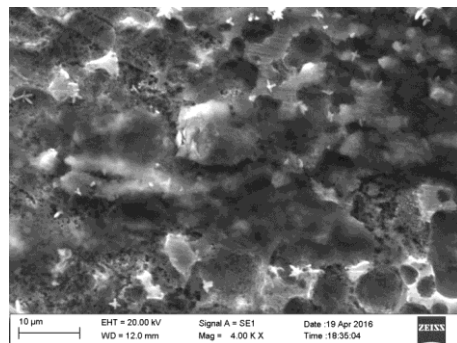
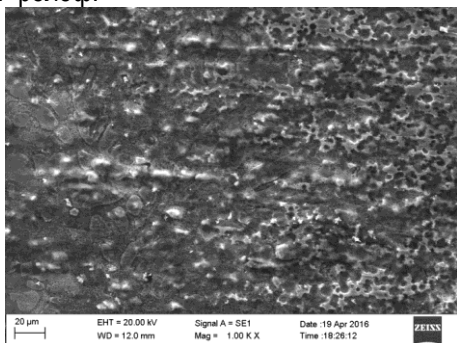
Фиг. V.4.7. Сканираща електронна микроскопия на напречния щиф на образец с дисперсно уякчен повърхностен слой съдържащ микро SiCp, наварен по метода МИГ

Разпределението на групите микро частиците (SiCp) от сканиращата електронна микроскопия съответства напълно (Фиг. V.4.9) на зоните с повишени концентрации на елемента Si, F и Mg, разположени вътре в металосплавната матрица и издадени над нея.



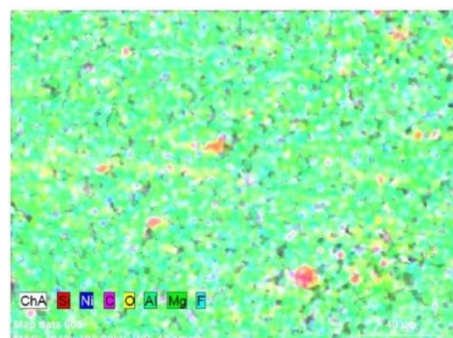
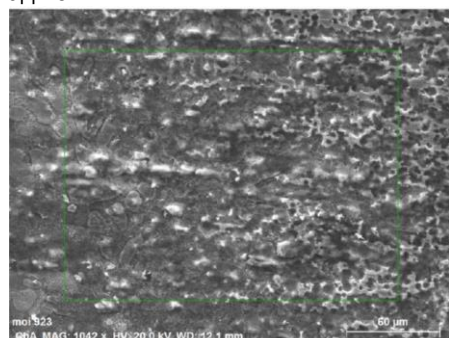
Фиг. V.4.9. EDX на напречния щиф на образец с дисперсно уякчен повърхностен слой съдържащ микро SiCp, наварен по метода МИГ

В напречното сечение на наварените по метода ВИГ образци с предварително нанесен филм, съдържащ никелирани и покрити с флюс микро частици SiCp, са видими умокрени от алуминиево сплавната матрица групи от микро частици (около 10 µm), издадени над повърхността на матрицата те образуват показания на Фигура V.4.10. „островен“ релеф.



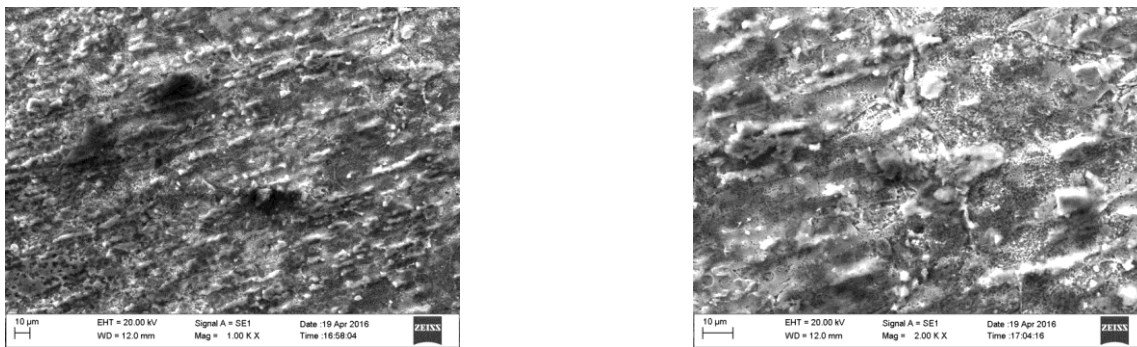
Фиг. V.4.10. Сканираща електронна микроскопия на напречния щиф на образец с дисперсно уякчен повърхностен слой съдържащ микро SiCp, наварен по метода ВИГ

Разпределението на групите частици (SiCp) от сканиращата електронна микроскопия (Фиг. V.4.12) съответства напълно на зоните с повишени концентрации на елемента Si, разположени вътре в металосплавната матрица и издадени над нея.



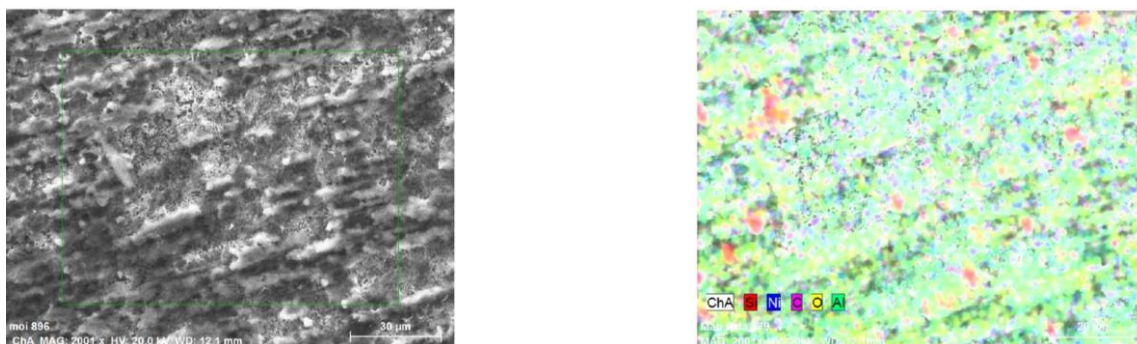
Фиг. V.4.12. EDX на напречния щиф на образец с дисперсно уякчен повърхностен слой съдържащ микро SiCp, наварен по метода ВИГ

В напречното сечение на наварените по метода ВИГ образци, с предварително нанесен филм, съдържащ никелирани и покрити с флюс нано частици SiCr, са видими умокрени от алуминиево сплавната матрица групи от частици. Те са с неравни форми, издадени над повърхността на металната матрица (Фиг. V.4.13).



Фиг. V.4.13. Сканираща електронна микроскопия на напречния шлиф на образец с дисперсно уякчен повърхностен слой съдържащ нано SiCr, наварен по метода ВИГ

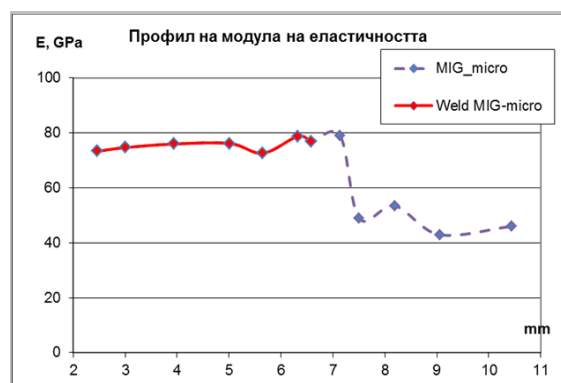
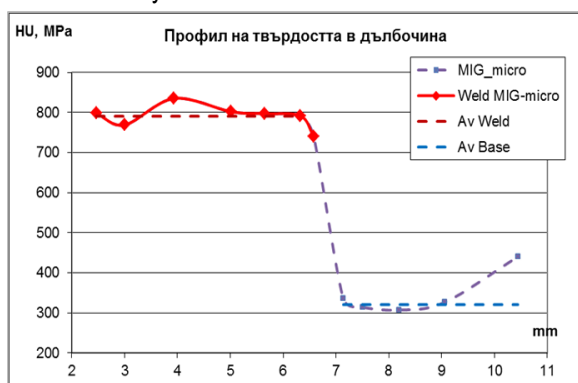
Проведеният рентгенов енергийно дисперсионен микроанализ (EDX) установява наличието на елементите Si и C (Фиг. V.4.15.). Разпределението на SiCr в картираното изображение съответства на зоните с повишени концентрации на елементите Si и C.



Фиг. V.4.15. EDX на напречния шлиф на образец с дисперсно уякчен повърхностен слой съдържащ нано SiCr, наварен по метода ВИГ

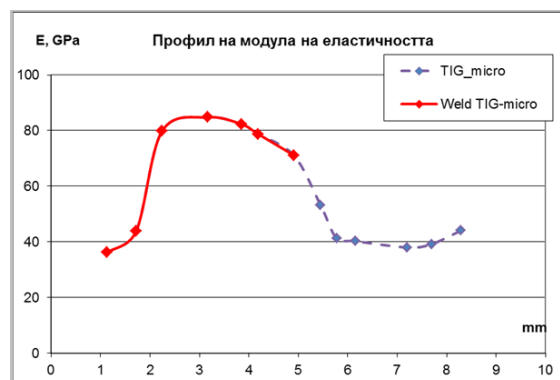
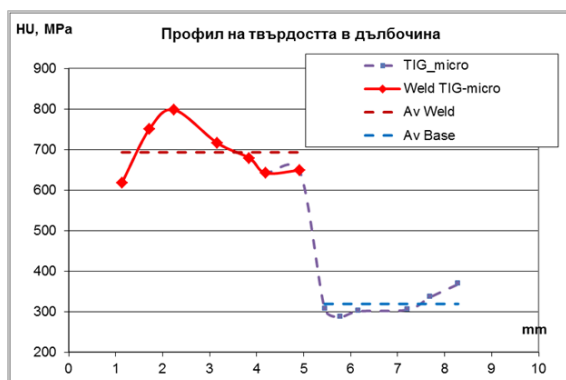
V.4.3. Резултати от проведените изпитвания чрез наноиндентация на наварените слоеве

Установеното нарастване на твърдостта в зоната на на получените дисперсно уякчени слоеве по метода МИГ, съдържащи микро частици силициев карбид е от около 2.4 до 2.6 пъти по-високо от тази на основния метал от технически чист алуминий.



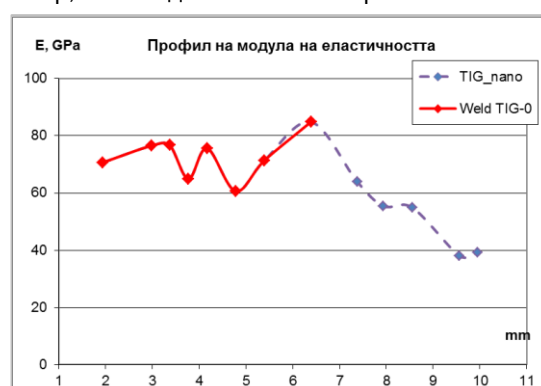
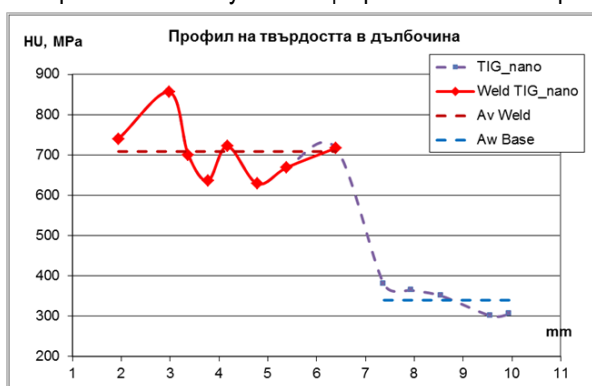
Фиг. V.4.17, V.4.18 Профил на нанотвърдостта и на модула на еластичността в дълбочина при МИГ наваряване върху предварително нанесен филм от никелирани микро SiCr, плакирани с флюс

За нулева проба при изпитването е приет образец с наварени по метода ВИГ слоеве със заваръчен тел с диаметър Ø3.2 mm и с химичен състав AlMg4.5Mn. Установеното нарастване на твърдостта в зоната на наварените слоеве по метода ВИГ (без уякчаваща фаза) е от около 1.6 до 1.8 пъти по-висока от тази на основния метал.



Фиг. V.4.21, V.4.22 Профил на нанотвърдостта и на модула на еластичността в дълбочина при ВИГ наваряване върху предварително нанесен филм от никелирани микро SiCp, плакирани с флюс

Установеното нарастване на твърдостта в наварените слоеве по метода ВИГ върху предварително нанесен филм от метализирани микро SiCp, покрити с флюс е от около 1.9 до 2.5 пъти по-висока от тази на основния метал от технически чист алуминий. Около 50% от увеличаването на твърдостта в наварените слоеве се дължи на имплантираната в шева уякчаваща фаза от метализирани микро SiCp, а не на добавъчния материал.

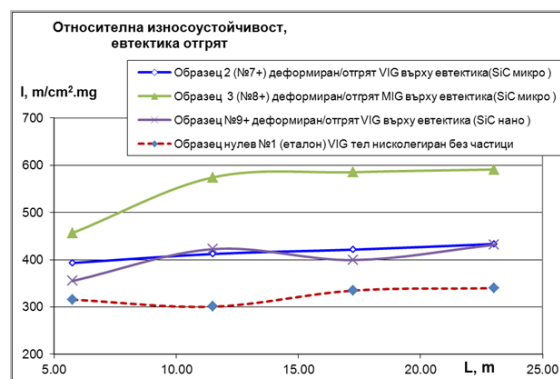
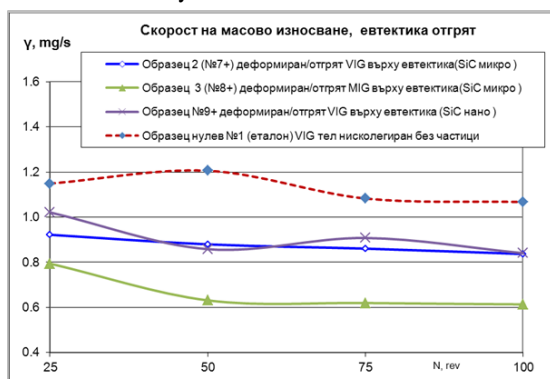


Фиг. V.4.23, V.4.24 Профил на нанотвърдостта и на модула на еластичността в дълбочина при ВИГ наваряване върху предварително нанесен филм от никелирани нано SiCp, плакирани с флюс

Установеното нарастване на твърдостта в наварените слоеве при ВИГ наваряване върху предварително нанесен филм от метализирани нано SiCp, покрити с флюс е от около 1.9 до 2.5 пъти по-висока от тази на основния метал от технически чист алуминий. Нарастването на твърдостта при наваряване без уякчаваща фаза, което се дължи на легиращите елементи от добавъчен материал, е от около 1.6 до 1.8 пъти. Около 40% от увеличаването на твърдостта в наварените слоеве се дължи на имплантираната уякчаваща фаза от метализирани частици SiC, а не на добавъчния материал.

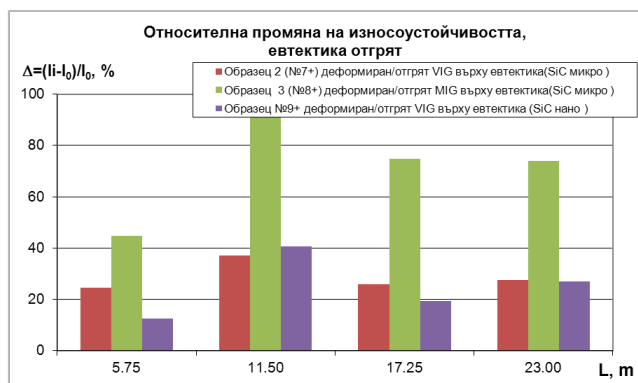
V.4.4. Резултати от проведените изследвания на изнosoустойчивостта на получените чрез наваряване в защитна газова среда слоеве

Образците с дисперсно уякчен слой, получен чрез наваряване по метода МИГ върху предварително нанесен филм, с метализирани микро частици SiC, показват най-ниска скорост на масово износване и най-висока относителна изнosoустойчивост. Образците с дисперсно уякчен слой, получен чрез наваряване по метода ВИГ върху предварително нанесен филм, с метализирани микро и нано частици SiC, показват също повишени показатели по отношение на относителната изнosoустойчивост.



Фиг. V.4.25, V.4.26 Скорост на масово износване и относителна изнosoустойчивост на образци с наварени покрития върху нанесен филм от никелирани частици SiC, плакирани с флюс

Средната относителна промяна на износоустойчивостта при образци с покрития, наварени по метода ВИГ върху предварително нанесен филм с метализирани микро и нано частици SiC е в диапазона от 25% до 29%. Средната относителна промяна на износоустойчивостта при образци с покрития, наварени по метода МИГ върху предварително нанесен филм с метализирани микро частици SiC е сравнително по-висока - от 71% до 72%.



Фиг. V.4.27. Относителна промяна на износоустойчивостта на образци с наварени покрития върху нанесен филм от никелирани частици SiC, плакирани с флюс

Увеличената износоустойчивост на наварените върху нанесен филм с метализирани частици слоеве в сравнение наварените по метода ВИГ слоеве върху чиста повърхност се дължи на получаването на покритие със сплавена и усвоена уякчаваща фаза от никелирани частици SiC. Получените резултати от изпитване на износоустойчивост корелират с получените при изпитване на твърдост стойности. Високата износоустойчивост при МИГ наваряването съответства на по-високата твърдост на нанесеното покритие.

V.5. Изводи

- ✓ Експериментално е доказана възможността за реализиране на процесите на наваряване в защитна газова среда (МИГ, ВИГ) върху предварително нанесен/ изпечен филм, образувал евтектика от плакирани с флюс микро/ нано частици.
- ✓ Получени са износоустойчиви повърхностни слоеве чрез въвеждане на уякчаващата фаза при два процеса на наваряване в защитна газова среда (МИГ, ВИГ) с допълнителен материал върху предварително нанесен филм, образувал евтектика, съдържаща плакирани с флюс микро частици SiC.
- ✓ Изследвани са структурата и състава на наварените слоеве от дисперсно уякчен материал, като с методите радиографичен контрол и SEM/EDX анализ е доказано наличието на групи частици SiC, умокрани от алуминиево сплавната матрица.
- ✓ Изследвани са механичните характеристики (твърдост и износоустойчивост) на повърхностните слоеве от дисперсно уякчен материал, получени чрез наваряване в защитна газова среда (МИГ, ВИГ) с допълнителен материал върху предварително нанесена евтектика, съдържаща плакирани с флюс микро/нано частици SiC.

Глава VI. Получаване на износоустойчив повърхностен слой върху алуминиева матрица чрез наваряване в защитна газова среда с добавъчен материал – екструдирани тел от армиран с частици алуминий

В настоящата глава са представени за изследване износоустойчиви повърхностни слоеве, получени в защитна газова среда чрез наваряване по метода ВИГ, като за добавъчен материал е използван екструдирани тел от армиран с частици алуминий.

За осигуряване въвеждането на микро/нано частиците в пластичната алуминиева матрица е използвана заготовка, съставена от няколко метални пластини, с нанесен върху тях филм, съдържащ уякчаващата фаза. Вбиването на частиците в металната матрица и дисперсното ѝ армиране се осъществява чрез заваряване в твърдо състояние, реализирано в условията на гореща пластична деформация.

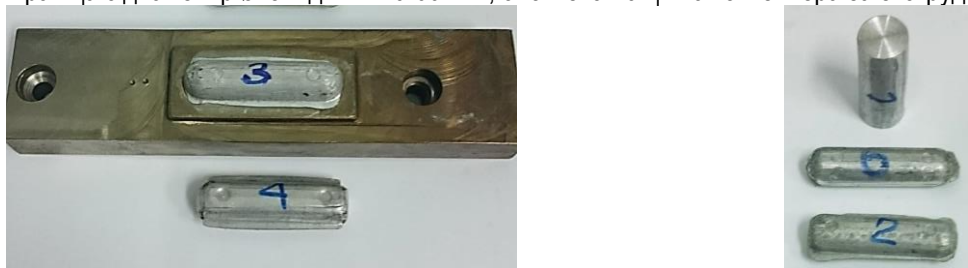
VI.1. Технология за изработване на екструдирани тел за ВИГ наваряване, армиран с микро/нано частици SiC

VI.1.2. Гореща пластична деформация на съставен пакет от релефни пластини с нанесен повърхностен слой, съдържащ уякчаваща фаза

Горещата пластична деформация на съставния пакет цели реализирането на метална връзка между релефните алуминиеви пластини чрез заваряване в твърдо състояние и създаването на монолитно изделие (тел) от дисперсно уякчен материал. Съставната заготовка (пакет) се състои от няколко релефни пластини с нанесен върху тях филм, съдържащ метализираните частици SiC.

Съставният пакет от обмазани релефни пластини се подлага на обемно щамповане за оформяне на тяло с форма и размери, съответстващи на контейнера, предназначен за екструдирани. Обемното щамповане цели създаването на монолитен обем материал, от който да бъде екструдирани тел с диаметър между Ø2.4 mm и Ø3.2 mm.

Откритото обемно щамповане е извършено на 40 тонна хидравлична преса при скорост от 20 mm/min, като силата необходима за открито обемно щамповане е над 320 kN и съответства на изтичането на метала в израстък с крайна височина 0.5 mm. В резултат на горещото обемно щамповане се получава изковка – цилиндрично тяло с полусферични краища с диаметър $\varnothing 15$ и дължина 60 mm, съответстващи на контейнера за екструдирание.



Фиг. VI.1.6. Съставни тела, получени при последователното позициониране - брой преходи след завъртане на 90°C при щамповане

Използвана е инструментална екипировка за екструдирание, която може да осигури редуция на напречното сечение – 40 пъти, подходяща за реализиране на заваряване в твърдо състояние на релефните пластини, в условията на гореща пластична деформация. Подготвеният за екструдирание алуминиев контейнер (съдържащ пластини и метализирани частици) с диаметър около $\varnothing 20$ се нагрява при температура 470 - 520°C.



Фиг. VI.1.8. Снимки на получения чрез екструдирание добавъчен материал (тел)

Екструдираният материал представлява монолитно изделие (тел) от армиран с частици материал (Фиг. VI.1.8.), като ивиците с обматка (представляващи границите на пластините) са не са видими на повърхността му. Метализираните частици от SiC са затворени и вбити от алуминиевата матрица поради реализираното заваряване в твърдо състояние на релефните пластини от съставния пакет, в условията на гореща пластична деформация. Разработената технология позволява изготвянето на добавъчен материал (тел) за ВИГ наваряване с дължина от около 1.5 м и с малко (5 - 7 mm²) напречно сечение. Екструдирането (правото пресоване) на съставния пакет е извършено при сравнително ниско усилие от 250 – 300 kN и скорост на деформиране около 30 mm/min.

Използваното количество уякчаваща фаза за една изковка е около 0.5 g метализирани частици, което при общо тегло от около 35 - 40 g или около 1.5 – 2.0 % тегловни процента.

VI.2. Получаване на износоустойчив повърхностен слой върху алуминиева матрица чрез наваряване в защитна газова среда (ВИГ) с добавъчен материал – екструдиран тел от армиран с частици SiC алуминий

Наваряването е реализирано по метода ВИГ и в защитна среда от аргон. Технологичните параметри са следните: - сила на заваръчния ток 90 A; - напрежение 12 V.

За уякчаваща фаза са използвани: - никелирани микро частици SiCp – проба №1; - никелирани микро частици SiCp, плакирани с флюс – проба №2; - никелирани и помеднени микро частици SiCp – проба №3; - никелирани нано частици SiCp, плакирани с флюс – проба №6. Количеството на уякчаващата фаза от метализирани микро/нано частици спрямо матрицата от технически чист алуминий при всички проби е около 1.5 – 2.0 % (тегл.).

При образците с плакирани частици (проби №2 и №6) шлаката е сива на цвят и е равномерно разпределена по повърхността (Фиг. VI.2.1 дясно). Тя се отмива лесно с дестилирана вода от повърхността, а при атакуване с подходящи агресивни (кисели) разтвори е възможно да се отстрани изцяло без да се наруши целостта на наварения слой.

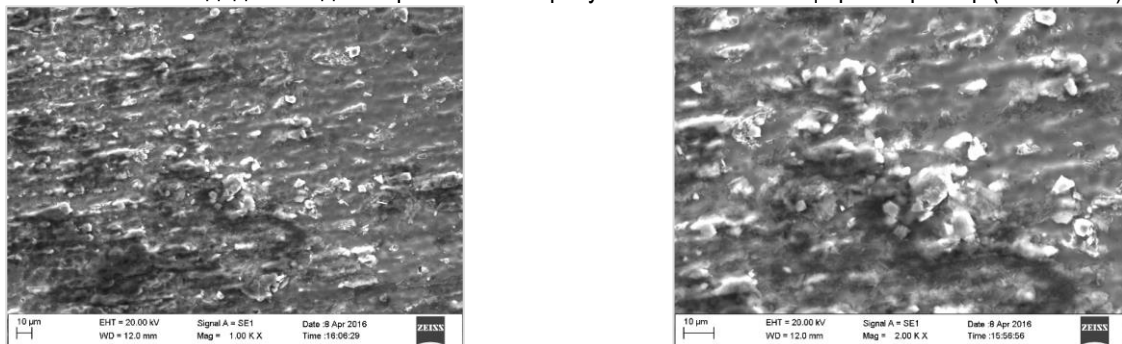


Фиг. VI.2.1 Снимки на повърхностите на наварените подложки от технически чист алуминий с тел от дисперсно уякчен екструдиран алуминий

При образците без флюс (проби №1, №3) шлаката е разпределена под формата на ивици от изплували от стопилката и агломерирани частици, които са здраво прикрепени между наварените слоеве (Фиг. VI.2.1 ляво). Механичното ѝ отстраняване без отнемане на самия наварен слой е невъзможно.

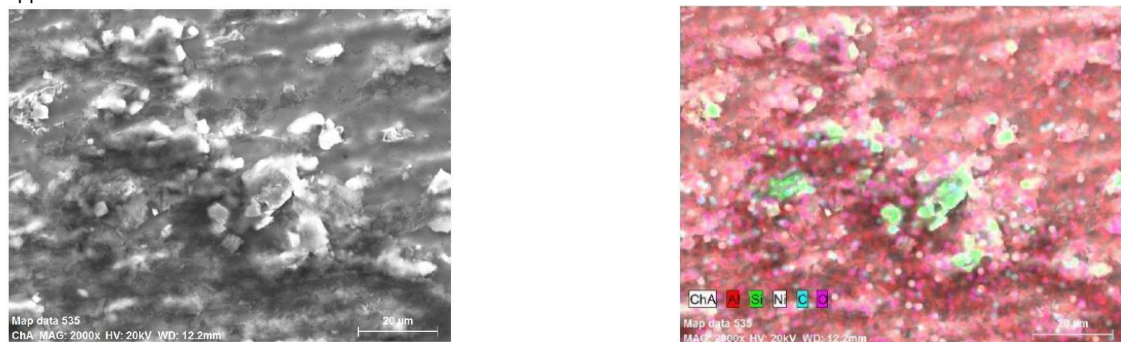
VI.3.2. Резултати от проведените чрез методите на SEM и EDX изследвания морфологията и структурата на наварените слоеве

В напречното сечение на наварените по метода ВИГ образци от технически чист алуминий с тел от екструдирани алуминий, армиран с никелирани микро SiCp без флюс (проба №1) са видими групи от микро частици (с размери от около 5 - 10 μm), умокрани от алуминиево сплавната матрица. Те са с остри неправилни (начупени) форми, част от които са частично издадени над повърхността и образуват показания специфичен релеф (Фиг. VI.3.5).



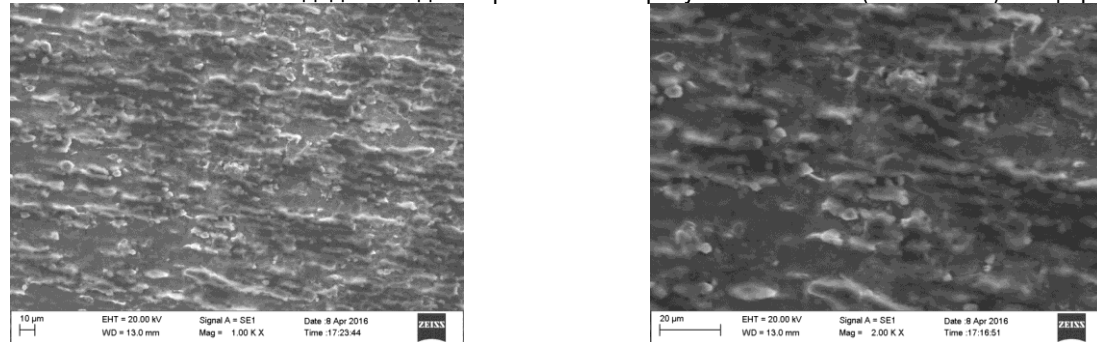
Фиг. VI.3.5. Сканираща електронна микроскопия на напречния шлиф на образец, наварен по метода ВИГ с тел от екструдирани алуминий, уякчен с никелирани микро SiCp без флюс

Разпределението на групите микро частиците (SiCp) от сканиращата електронна микроскопия съответства напълно (VI.3.7) на зоните с повишени концентрации на елемента Si, разположени вътре в металосплавната матрица и издадени над нея.



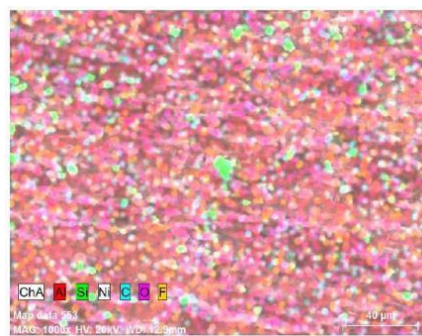
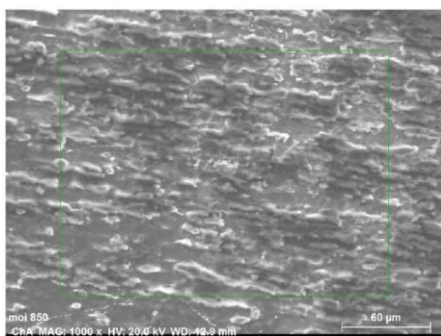
Фиг. VI.3.7. EDX на напречния шлиф на образец, наварен по метода ВИГ с тел от екструдирани алуминий, дисперсно уякчен с никелирани микро SiCp без флюс

В напречното сечение на наварените по метода ВИГ образци от технически чист алуминий с тел от екструдирани алуминий, армиран с никелирани микро SiCp, плакирани с флюс (проба №2) са видими групи от микро частици (с размери от около 10 μm), умокрани от алуминиево сплавната матрица. Те са със заоблени неправилни форми, части от които са частично издадени над повърхността и образуват показания (Фиг. VI.3.8.) специфичен релеф.



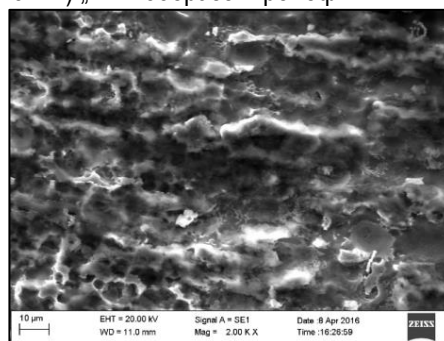
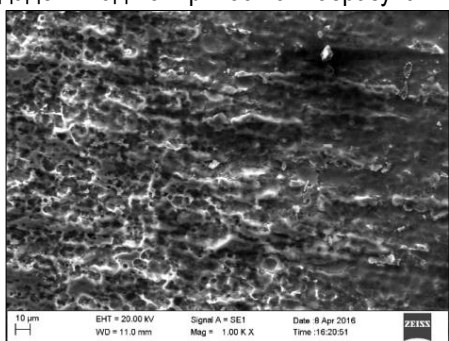
Фиг. VI.3.8. Сканираща електронна микроскопия на напречния шлиф на образец, наварен по метода ВИГ с тел от екструдирани алуминий, уякчен с никелирани микро SiCp, плакирани с флюс

Разпределението на групите микро частиците (SiCp) от сканиращата електронна микроскопия съответства напълно (Фиг. VI.3.10.) на зоните с повишени концентрации на елемента Si, разположени вътре в металосплавната матрица и издадени над нея.



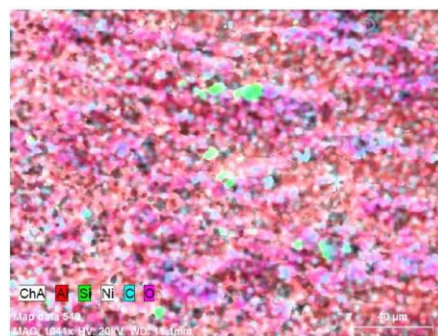
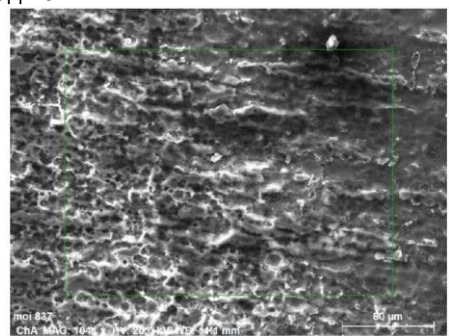
Фиг. VI.3.10. EDX на напречния шлиф на образец, наварен по метода ВИГ с тел от екструдирани алуминий, дисперсно уякчен с никелирани микро SiCp, плакирани с флюс

В напречното сечение на наварените по метода ВИГ образци от технически чист алуминий с тел от екструдирани алуминий, армирани с никелирани и помеднени микро SiCp без флюс (проба №3) са видими релефна повърхност с групи от микро частици (с размери от около 5 - 10 µm), умокрени от алуминиево сплавната матрица. Части от тях са издадени над повърхността и образуват показания (Фиг. VI.3.11.) „вълнообразен“ релеф.



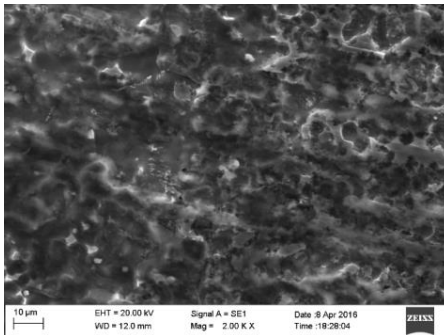
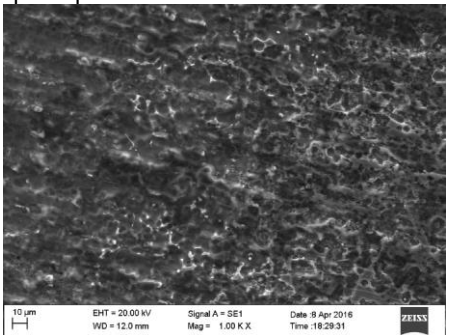
Фиг. VI.3.11. Сканираща електронна микроскопия на напречния шлиф на образец, наварен по метода ВИГ с тел от екструдирани алуминий, уякчен с никелирани и помеднени микро SiCp без флюс

Разпределението на групите микро частиците (SiCp) от сканиращата електронна микроскопия съответства напълно на зоните с повишени концентрации на елемента Si, разположени вътре в металосплавната матрица и издадени над нея.



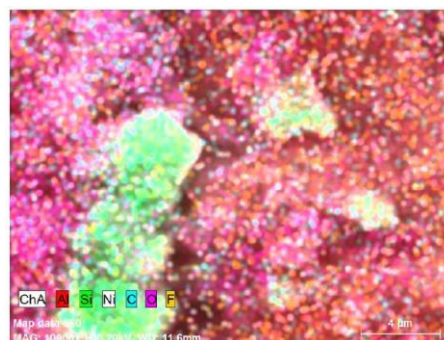
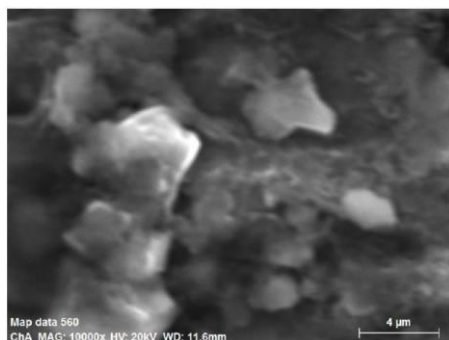
Фиг. VI.3.13. EDX на напречния шлиф на образец, наварен по метода ВИГ с тел от екструдирани алуминий, дисперсно уякчен с никелирани микро SiCp без флюс

В напречното сечение на наварените по метода ВИГ образци от технически чист алуминий с тел от екструдирани алуминий, армирани с никелирани микро SiCp, плакирани с флюс (проба №6) са видими групи от частици, умокрени от алуминиево сплавната матрица. Те са частично издадени над повърхността и образуват (Фиг. VI.3.14.) специфичен релеф.



Фиг. VI.3.14. Сканираща електронна микроскопия на напречния шлиф на образец, наварен по метода ВИГ с тел от екструдирани алуминий, уякчен с никелирани микро SiCp, плакирани с флюс

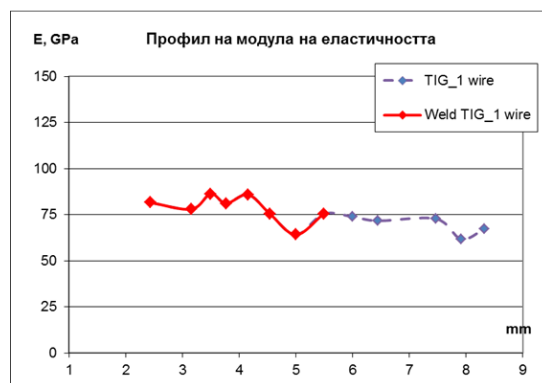
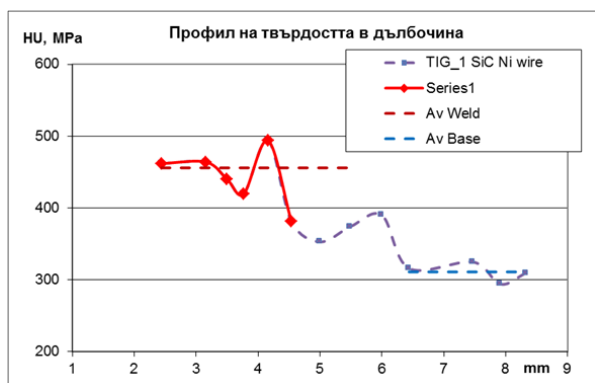
Разпределението на групите частици (SiCp) от сканиращата електронна микроскопия съответства напълно (Фиг. VI.2.17.) на зоните с повишени концентрации на елемента Si, разположени вътре в металосплавната матрица и издадени над нея.



Фиг. VI.2.17. EDX на напречния шлиф на образец, наварен по метода ВИГ с тел от екструдирани алуминий, дисперсно уякчен с никелирани микро SiCp, плакирани с флюс

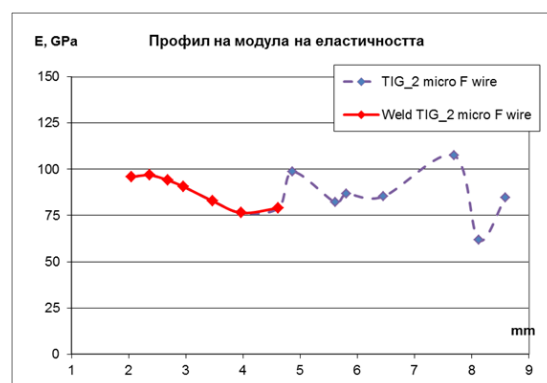
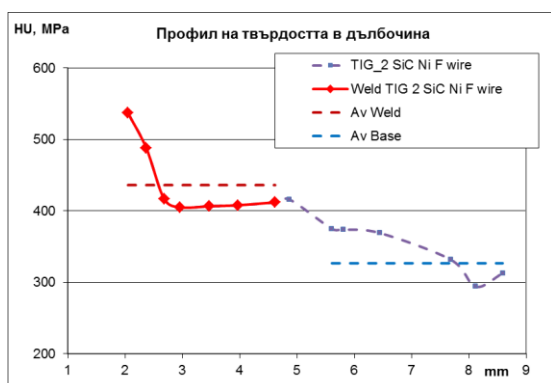
VI.3.3. Резултати от проведените изпитвания чрез наноиндентация на наварените слоеве

Установеното нарастване на твърдостта в зоната на наварените слоеве с тел от екструдирани алуминий, дисперсно уякчен с никелирани микро SiCp без флюс е от около 1.3 до 1.6 пъти по-висока от тази на основния метал от технически чист алуминий.



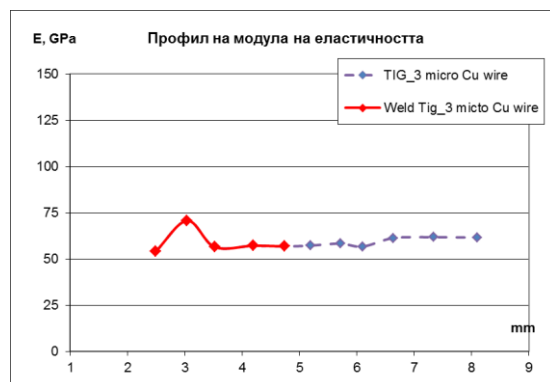
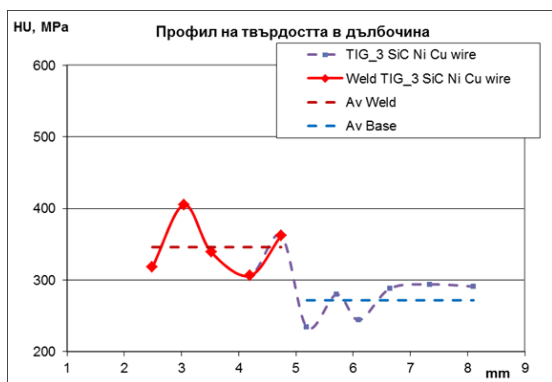
Фиг. VI.3.17, VI.3.18 Профил на нано твърдостта и на модула на еластичността в дълбочина при ВИГ наваряване с тел от екструдирани алуминий, дисперсно уякчен с никелирани микро SiCp без флюс

Установеното нарастване на твърдостта в зоната на наварените слоеве с тел от екструдирани алуминий, дисперсно уякчен с никелирани микро SiCp, плакирани с флюс е от около 1.2 до 1.6 пъти по-висока от тази на основния метал от технически чист алуминий.



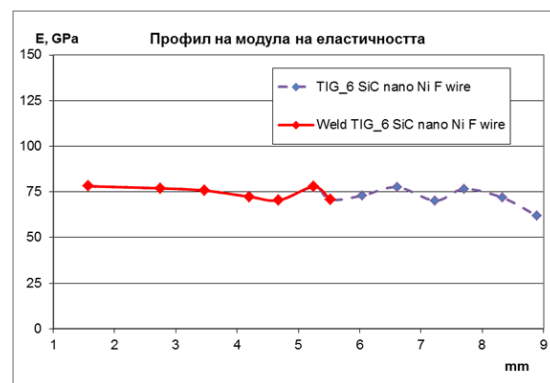
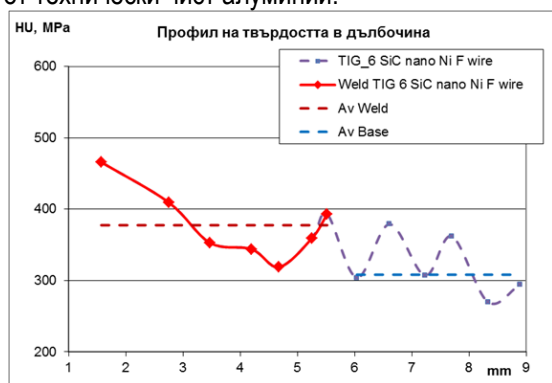
Фиг. VI.3.19, VI.3.20 Профил на нано твърдостта и на модула на еластичността при ВИГ в дълбочина при ВИГ наваряване с тел от екструд. алуминий, уякчен с никелирани микро SiCp, плакирани с флюс

Установеното нарастване на твърдостта в зоната на наварените слоеве с тел от екструдирани алуминий, дисперсно уякчен с никелирани и помеднени микро SiCp без флюс е от около 1.1 до 1.5 пъти по-висока от тази на основния метал от технически чист алуминий.



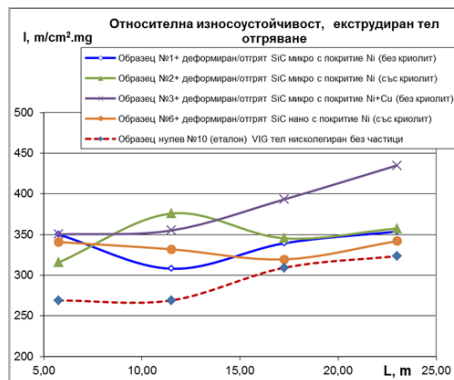
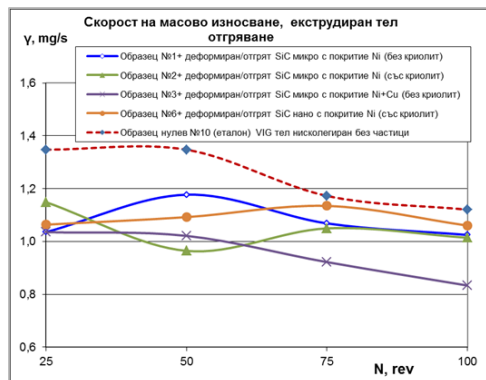
Фиг. VI.3.21, VI.3.22 Профил на нанотвърдостта и на модула на еластичността в дълбочина при ВИГ наваряване с тел от екструдирани алуминий, уякчен с никелирани и помеднени микро SiCp без флюс

Установеното нарастване на твърдостта в зоната на наварените слоеве с тел от екструдирани алуминий, дисперсно уякчен с никелирани микро SiCp, плакирани с флюс е от около 1.1 до 1.5 пъти по-висока от тази на основния метал от технически чист алуминий.



Фиг. VI.3.23, VI.3.24 Профил на нанотвърдостта и на модула на еластичността в дълбочина при ВИГ наваряване с тел от екструдирани алуминий, уякчен с никелирани микро SiCp, плакирани с флюс

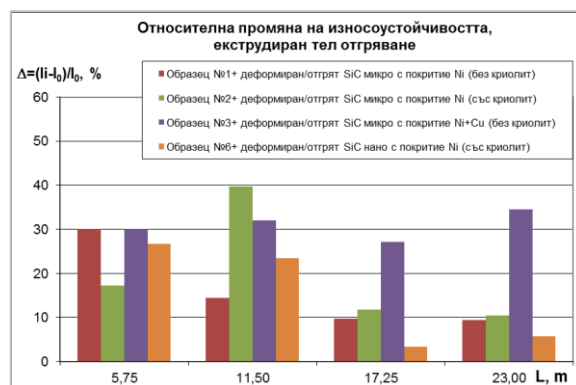
VI.3.4. Резултати от проведените изследвания на износоустойчивостта на наварените слоеве



Фиг. VI.3.25, VI.3.26 Скорост на масово износване и относителна износоустойчивост на образци с наварени по метода ВИГ слоеве с тел от дисперсно уякчен екструдирани алуминий

Образците с покрития, получени чрез ВИГ наваряване с тел от екструдирани алуминий, армирани с никелирани и помеднени микро частици SiC без флюс, показват най-ниска скорост на масово износване и най-висока относителна износоустойчивост. Образците с покрития, получени чрез ВИГ наваряване с тел от екструдирани алуминий, армирани с никелирани микро частици, както и тези с микро частици SiC с флюс показват също повишени показатели по отношение на относителната износоустойчивост

Средната относителна промяна на износоустойчивостта при наварените (ВИГ) слоеве с тел от екструдирани алуминий, армирани с метални микро/нано частици без флюс е в диапазона от 15% до 31%. Средната относителна промяна на износоустойчивостта при наварените (ВИГ) слоеве с тел от екструдирани алуминий, армирани с никелирани микро частици SiC без флюс е около 15% до 16%, а при тези с никелирани/помеднени частици достига до около 30% – 31%. При наварените (ВИГ) слоеве с тел от екструдирани алуминий, армирани с никелирани микро частици SiC и флюс средната относителна промяна на износоустойчивостта е в около 14% до 15%.



Фиг. VI.3.27. Относителна промяна на износоустойчивостта на образци с наварени по метода ВИГ слоеве с тел от дисперсно уякчен екструдирен алуминий

Получените резултати от изпитване на износоустойчивост корелират с получените при изпитване на твърдост стойности. Увеличената износоустойчивост на наварения слой при ВИГ наваряване с екструдирен тел от армиран алуминий с никелирани микро частици SiC без флюс съответства на по-високата твърдост на така нанесеното покритие.

VI.4. Изводи

- ✓ Разработена е технология за получаване на пакет от съставни алуминиеви заготовки с нанесени междинни слоеве микро/ нано частици силициев карбид, предназначен за следващо пластично деформиране на горещо.
- ✓ Разработена е технология за горещо обемно щамповане на съставен пакет от релефни пластини (технически чист алуминий) с нанесен повърхностен слой, съдържащ уякчаваща фаза от микро/нано частици.
- ✓ Доказана е ефективността на създадената технология за получаване на добавъчен материал (тел) за ВИГ наваряване, съдържащ имплантирана уякчаваща фаза, чрез последователно прилагане на горещо обемно щамповане на съставен пакет от обмазани релефни алуминиеви пластини и следващо екструдирене.
- ✓ Експериментално е доказана възможността за реализиране процесите на наваряване в защитна газова среда (ВИГ) с добавъчен материал (тел) за наваряване от дисперсно армирана алуминиева матрица, с имплантирана уякчаваща фаза с и без флюс.
- ✓ Получени са износоустойчиви повърхностни слоеве чрез въвеждане на уякчаващата фаза при наваряване в защитна газова среда (ВИГ) с допълнителен материал, съдържащ микро/нано частици SiC с и без флюс.
- ✓ Изследвани са структурата и състава на наварените (ВИГ) слоеве с допълнителен материал (тел), с предварително имплантирана уякчаваща фаза от микро/нано частици, като чрез методите радиографичен контрол и SEM/EDX анализ е доказано наличието на групи частици SiC, умокрани от алуминиево-сплавната матрица.
- ✓ Изследвани са механичните характеристики (твърдост и износоустойчивост) на повърхностните дисперсно уякчени слоеве, получени чрез (ВИГ) наваряване с допълнителен материал (тел), съдържащ предварително имплантирана уякчаваща фаза от микро/ нано частици.

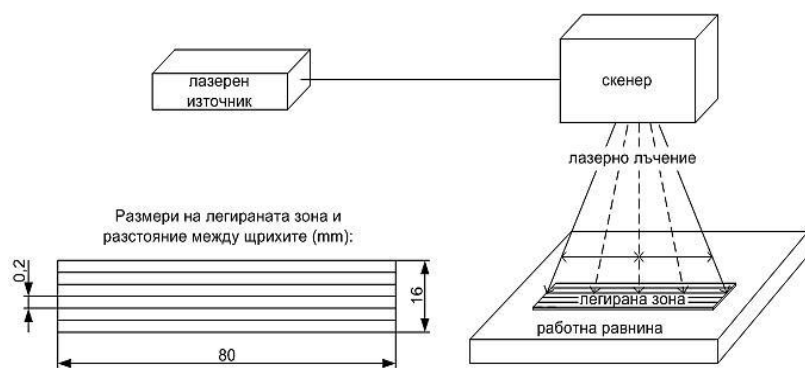
Глава VII. Получаване на износоустойчив слой от дисперсно уякчен материал върху алуминиева матрица чрез повърхностно лазерно легиране

В последните години с използване на различни видове лазери е разработена технологията селективно лазерно стопяване, която включва локално стопяване на прахови смеси със сканиращ лазерен лъч с цел послойно изграждане на монолитни детайли. Възможно е, също така, прилагането на технологията селективно лазерно стопяване за легиране с цел получаване на слоеве с подобрени механични характеристики върху повърхности на машиностроителни детайли. Целта на направените изследвания, представени в тази глава, е получаване на износоустойчив слой от дисперсно уякчен материал върху алуминиева матрица чрез технологията повърхностно лазерно легиране.

VII.1. Получаване на износоустойчив повърхностен слой от дисперсно уякчен материал върху алуминиева матрица

Прилагането на лазерното лъчение за повърхностно легиране има редица преимущества пред конвенционалните методи и по специално като: висока плътност на въвежданата енергия в диапазона от 10^3 до 10^5 W/cm, за кратки интервали от време, при което се реализират високи скорости на нагряване/ охлаждане ($10^3 - 10^5$ K/s) и на кристализация ($1 - 10$ m/s) на течния метал. Тези особености, допълнени с реализирането на процеса в атмосфера от инертен газ (аргон) са предимства, които го правят подходящ и за легиране с дисперсно уякчен материал върху повърхност на основен метал от алуминиева сплав.

Принципната схема на процеса селективно лазерно стопяване е дадена на Фиг. VII.1.2.



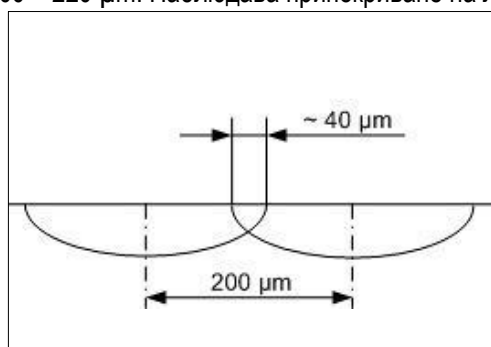
Фиг. VII.1.2. Принципна схема на процеса селективно лазерно стопяване

Въвеждането на уякчаващата фаза от метализирани микро частици SiC се извършва чрез предварително нанасяне и следващо стопяване с лазерно лъчение на основния метал за получаване на легиран слой от дисперсно уякчен материал върху металната матрица.

Подготвени са два вида прахови смеси: - Прахова смес от никелирани микро частици силициев карбид и алуминиева пудра в съотношение 1:1 – обозначени като проби 1L; - Прахова смес от само от никелирани микро частици силициев карбид – обозначени като проби 2L. Върху всяка от подложките са легиране по пет слоя с размери: ширина 16 mm и дължина 80 mm при режими, обхващащи пет различни скорости на селективно лазерно легиране чрез стопяване през 50 mm/s в диапазона от 400 до 600 mm/s (Фиг. VII.1.5.).

VII.3.2. Резултати от проведения оптичен металографски анализ за определяне на геометрията на легираните слоеве

В напречните шлифове (Фиг. VII.3.3. – VII.3.4.) легираните слоеве, се виждат достатъчно ясно, така че да могат да се определят геометричните им размери. Данните от оптичната микроскопия показват следните геометрични параметри на легирания слой: средна дълбочина на легираната зона около 40 – 50 μm при средна ширина на щрихите около 200 – 220 μm . Наблюдава припокриване на легираните зони 10 - 40 μm Фиг. VII.3.2).



Фиг. VII.3.2. Получено припокриване на легираните зони след провеждане на експеримента

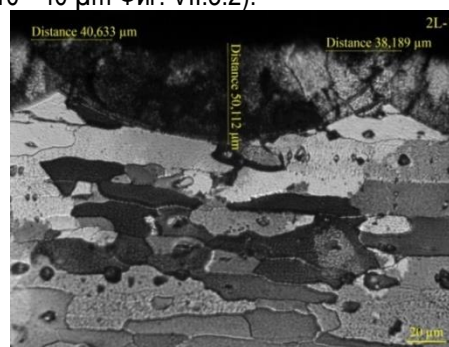


а) получени легиране слоеве върху алуминиева матрица - SLM2



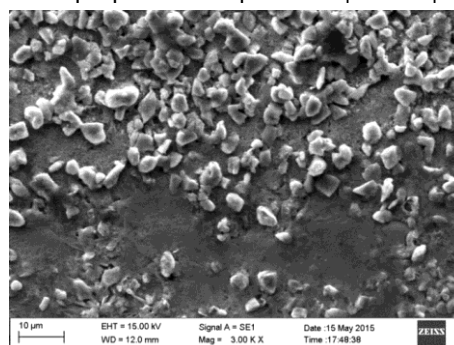
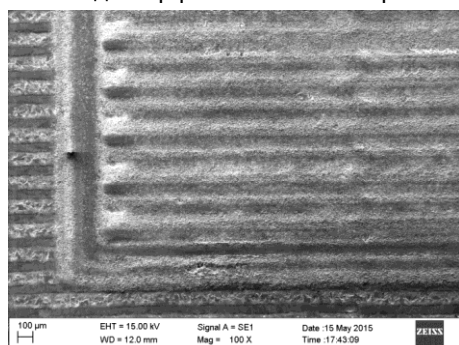
б) получени легиране слоеве върху алуминиева матрица - SLM3

Фиг. VII.1.5. Получени покрития от дисперсно уякчен материал чрез повърхностно лазерно легиране



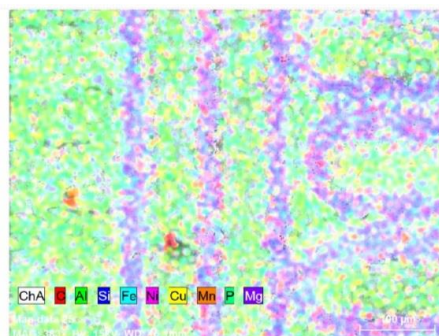
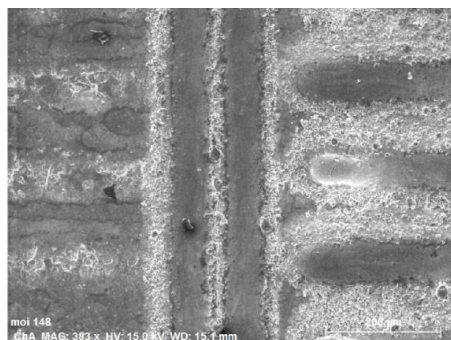
VII.3.3. Резултати от проведените изследвания чрез методите на сканираща електронна микроскопия и рентгенов енергийно дисперсионен микроанализ

На фиг. VII.3.6. са дадени различни увеличения от повърхността на легираните слоеве, направен чрез сканираща електронна микроскопия при скорост на сканиране на лазерния сноп от 450 mm/s. При по-големите увеличения се вижда морфологията на легираните зони, както и зоните с прикрепени микро частици силициев карбид.



Фиг. VII.3.6. Сканираща електронна микроскопия на образец 2L-4 – SLM3

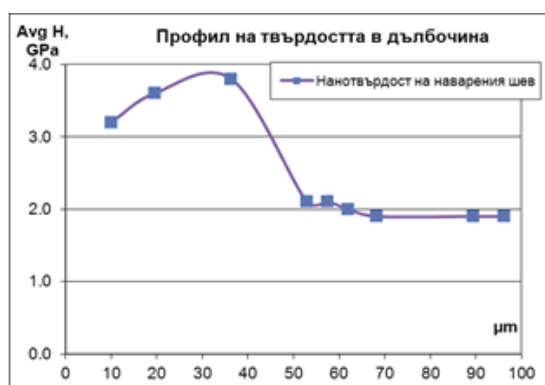
Проведеният рентгенов енергийно дисперсионен микроанализ потвърждава наличието на SiC в легираните слоеве. Установено е наличието на елементите C, Si, Ni, Al (Фиг. VII.3.7 и VII.3.8).



Фиг. VII.3.8. Рентгенов енергийно-дисперсионен микроанализ на образец 2L-4

VII.3.4. Резултати от проведеното изпитване чрез наноиндентация

Установеното нарастване на твърдостта в зоната на легирания слой (до около 40 μm) при наноиндентация е от 1.5 до 2.0 пъти по-висока от тази на алуминиевата сплав, което се дължи на уякчаващата фаза от микро частици SiCp. Измерената нанотвърдост потвърждава резултатите от извършения оптичен металографски анализ за геометрията на легирания слой. Този показател се променя, т.е. твърдостта спада до стойности, характерни за основния метал (след около 50 μm), като не се забелязва ясна зона на термично влияние. Модулът на еластичност показва същата тенденция, а именно сравнително високи стойности в зоната на легирания слой (до около 40 μm), спад след около 70 μm и леко повишаване в дълбочина на стойностите, характерни за основния метал.

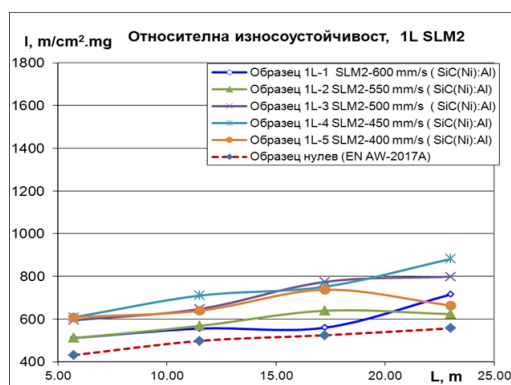
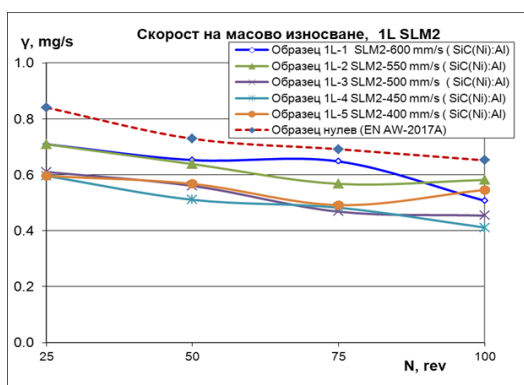


а) профил на нанотвърдостта в дълбочина

б) профил на нанотвърдостта

Фиг. VII.3.12. Профили в дълбочина на легирания слой

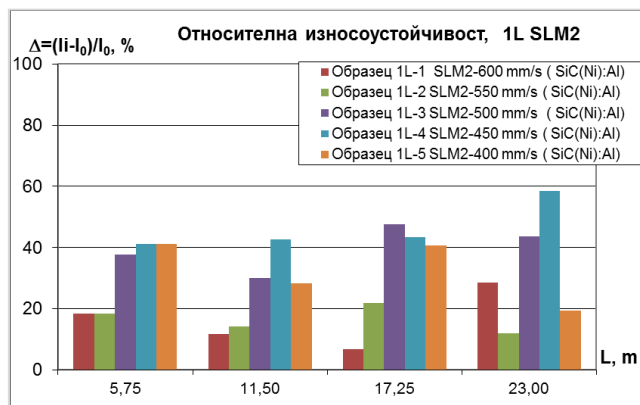
VII.3.5. Резултати от проведените изследвания на изнosoустойчивостта на получените покрития от дисперсно уякчен материал върху алуминиева матрица чрез повърхностно лазерно легиране



Фиг. VII.3.14, VII.3.15 Скорост на масово износване и относителна изнosoустойчивост на образци 1L – SLM2 при различни скорости на сканиране

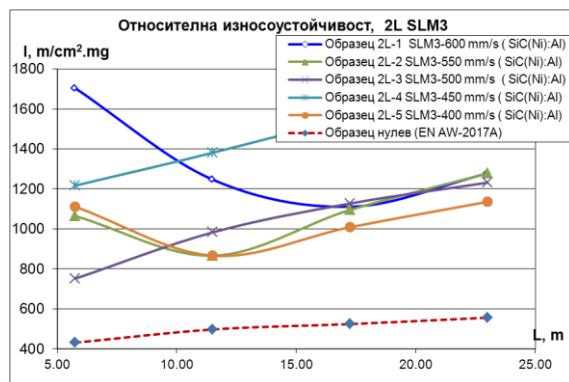
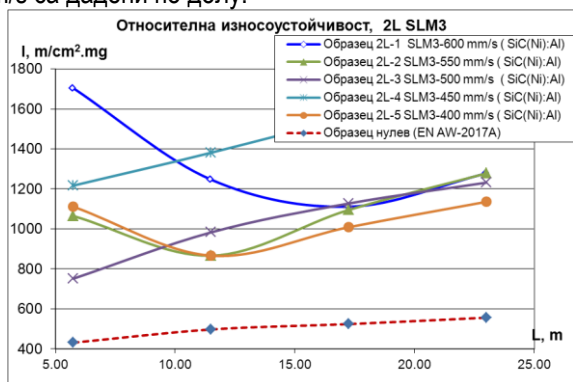
Получените експериментални резултати за характеристиките на износването при дадените условия на изпитване за покритията върху подложка SLM2, съдържащи метализирани микро частици SiC и алуминиева пудра 1:1, при различни скорости на сканиране на лазерния сноп в диапазона от 400 до 600 mm/s са дадени по долу.

Образците 1L – SLM2, получени при по-ниска скорост на сканиране на лазерния сноп (в диапазона 400 – 500 mm/s) показват най-ниска скорост на масово износване и най-висока относителна износоустойчивост, което се дължи на сравнително по-високата линейна енергия и реализирането на по-добро повърхностно лазерно легиране на алуминиевата матрица. Резултатите от проведените изпитвания за относителна промяна на износоустойчивостта при различни скорости на сканиране на лазерния сноп на образци с 1L – SLM2, за дадени на Фигура VII.3.16.



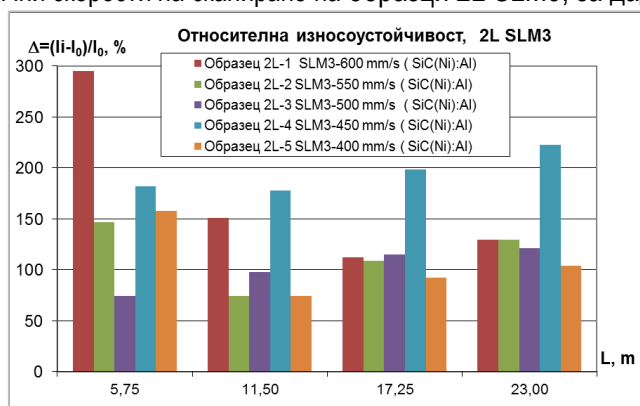
Фиг. VII.3.16. Относителна промяна на износоустойчивостта на образци 1L – SLM2

Експерименталните резултати за характеристиките на износването на покритията върху подложка SLM3, съдържащи само метализирани микро частици SiC при различни скорости на сканиране в диапазона от 400 до 600 mm/s са дадени по долу.



Фиг. VII.3.17, VII.3.18 Скорост на масово износване и относителна износоустойчивост на образци 2L – SLM3 при различни скорости на сканиране

При образците 2L – SLM3 с предварително нанесени микро частици (без алуминиева пудра), при по-висока скорост на сканиране (в диапазона 600 – 550 mm/s) показват най-ниска скорост на масово износване и съответно най-висока относителна износоустойчивост. Резултатите от проведените изпитвания за относителна промяна на износоустойчивостта при различни скорости на сканиране на образци 2L SLM3, за дадени на Фигура VII.3.19.



Фиг. VII.3.19. Относителна промяна на износоустойчивостта на образци 2L – SLM3

Средната относителна промяна на износоустойчивостта при образци 2L е висока – от 102% до 195%. Това показва чувствително увеличаване на износоустойчивостта в сравнение с основния метал и получаване на покритие с висок процент сплавена и усвоена уякчаваща фаза от никелирани микро частици SiC. сплавена и усвоена уякчаваща фаза от никелирани микро частици SiC в покритието. Най-добро усвояване на уякчаващата фаза с увеличаване на износоустойчивостта в диапазона 178 – 222% е получено при скорост на сканиране

При покритието, съдържащо метализирани микро частици SiC и алуминиева пудра 1:1 (SLM2) се наблюдава сравнително слабо увеличаване на износоустойчивостта при 400 – 500 mm/s (увеличена с 1,2 до 1,5 пъти средна относителна износоустойчивост), но при по-високите скорости тя става почти равна на основния метал. Това сравнително ниско увеличаване на износоустойчивостта вероятно се дължи на покритие с нисък процент сплавена и усвоена уякчаваща фаза от никелирани микро частици SiC.

При покритието, съдържащо метализирани микро частици SiC в целия диапазон от скорости се наблюдава увеличена от 1.9 до 3.0 пъти средна относителна износоустойчивост, като максимумът на износоустойчивостта е при скорост на сканиране на лазерния сноп от 450 mm/s. Увеличаването на износоустойчивостта на покритието до 3 пъти в сравнение с основния метал се дължи на реализирането на покритие с висок процент сплавена и усвоена уякчаваща фаза.

VII.4. Изводи

- ✓ Получен е износоустойчив повърхностен слой от дисперсно уякчен материал по технологията повърхностно селективно лазерно стопяване.
- ✓ Чрез методите на оптичния металографски анализ е определена геометрията на легирания слой в зависимост от технологичните параметри на процеса на селективно лазерно стопяване.
- ✓ Изследвани са повърхността, структурата и състава на получените легираны слоеве от дисперсно уякчен материал с методите на сканираща електронна микроскопия и рентгенов енергийно дисперсионен микроанализ. Установено е наличието на елементите Ni, P, Si, C, които допринасят съществено за промяната на механичните характеристики на легираните слоеве.
- ✓ Изследвани са основните характеристики като нанотвърдост, износоустойчивост и модул на еластичност на легираните слоеве от дисперсно уякчен материал, получени по технологията повърхностно лазерно легиране. Установеното нарастване на твърдостта в зоната на легирания слой (до около 40 μm) от 1.5 до 2.0 пъти по-висока от тази на алуминиевата сплав, което се дължи на уякчаващата фаза от микро частици SiCp. Модулът на еластичност е с високи стойности в зоната на легирания слой (до около 40 μm), спад след около 70 μm и леко повишаване в дълбочина на стойностите, характерни за основния метал.
- ✓ Установено е, че при скорост на сканиране на лазерния лъч 450 mm/s се получава най-висока относителна износоустойчивост на легирания слой.

ПРИНОСИ

1. Създаден е разтвор за химично никелиране и помедняване след предварително никелиране на микро/ нано частици и въглеродни влакна, който съдържа две никелови соли (сулфат и хлорид) и е с основно pH.
2. Разработена е методика за химично никелиране на нано частици при стайна температура в условията на интензивно разбъркване с магнитна бъркалка и/или ултразвукова вана чрез предизвикване на локална екзотермична реакция.
3. Разработена е методика за количествено спектрофотометрично определяне количеството на отложения никел и мед върху метализирани частици чрез построяване и обработване на спектрограми от азотно кисел екстракт.
4. Разработена е методика за подготовка (препариране) на микро/ нано частици и въглеродни влакна, без използване на свързващо вещество, предназначени за сканираща електронна микроскопия и рентгенов енергийно дисперсионен микроанализ.
5. Разработена е технология за плакиране на метализирани микро/ нано частици SiC и въглеродни влакна с флюс чрез последователно нанасяне на алкално-флуоридна сол (криолит) и хлориди на алкални/ алкалоземни метали (натрий, калий и магнезий), образуващи евтектика.
6. Доказана е възможността за въвеждане на уякчаваща фаза от метализирани частици при кристализация на метална сплав в условията на механични вибрации (вибрационно леене) на стопилка от предварително уплътнени лентово армирани с частици SiC заготовки.
7. Доказана е възможността за получаване на наварен слой от дисперсно армиран алуминий чрез въвеждане на уякчаваща фаза, посредством ВИГ, МИГ наваряване върху предварително нанесен филм от плакирани частици с флюс, образуващ евтектика.
8. Разработена и експериментално е доказана технология за създаване на дисперсно армиран алуминиев тел за наваряване чрез последователно прилагане на горещо обемно шамповане и следващо екструдирание (право пресоване) на съставен пакет от алуминиеви пластини и метализирани микро/ нано частици SiC.
9. Доказана е възможността за получаване на наварен слой от дисперсно армиран алуминий, посредством ВИГ наваряване с допълнителен материал, с предварително имплантирана уякчаваща фаза от микро/ нано частици SiC.
10. Доказана е възможността за получаване на износоустойчив повърхностен слой от дисперсно уякчен материал по технологията повърхностно претопяващо легиране чрез селективно лазерно стопяване (SLM).

ПУБЛИКАЦИИ ПО ДИСЕРТАЦИОННИЯ ТРУД

1. **Димитрова Р.**, Николов А., Рангелов Р., Петров К., Великов А., ТЕХНОЛОГИЯ ЗА РАЗБЪРКВАНЕ И ВЪВЕЖДАНЕ НА УЯКЧАВАЩА ФАЗА СИЛИЦИЕВ КАРБИД В АЛУМИНИЕВА СТОПИЛКА, XXII International Scientific Technical Conference Foundry 2015, 16-17 Април, 2015, Плевен, България;
2. **Dimitrova R.**, ELECTROLESS NICKEL COATINGS ON SILICON CARBIDE PARTICLES USING TWO NICKEL SALTS IN ALKALINE SOLUTION, International Working Conference "Total Quality Management – Advanced and Intelligent Approaches", 2nd – 5th June, 2015, Belgrade, Serbia;
3. **Димитрова Р.**, Вълканов С., Камбуров В., МЕТОДИКА ЗА ПОДГОТОВКА НА МИКРО/ НАНО ЧАСТИЦИ ЗА ИЗСЛЕДВАНЕ ЧРЕЗ СКАНИРАЩА ЕЛЕКТРОННА МИКРОСКОПИЯ, Международна научна конференция „70 години МТФ“, 11-13 Септември, 2015, Созопол, България;
4. **Димитрова Р.**, Камбуров В., Рангелов Р., РАЗРАБОТВАНЕ НА ФЛЮС ЗА ВЪВЕЖДАНЕ НА ЧАСТИЦИ СИЛИЦИЕВ КАРБИД В АЛУМИНИЕВА СТОПИЛКА, XXIII International Scientific Technical Conference Foundry 2016, 13-15 Април, 2016, Плевен, България.

ABSTRACT

INVESTIGATION OF CREATION POSSIBILITIES OF DISPERSIVE REINFORCED ALUMINIUM METAL MATRIX FOR HARDFACING

Aluminium and its alloys are extensively used in industry due to its low cost, light weight and excellent workability. The reinforced aluminium matrix metal composites that are strengthened by another phase, usually in the form of particulates, fibres, whiskers are new constructional materials, because of its beneficial combination of metal plasticity and specific strength with higher wear resistance and hardness. The main problem of DRAM fabrication is good wetting between the solid reinforced and liquid metal phase, which is essential for satisfactory bonds creation.

Metal plating technology of particles/ fibres can improve the welding properties of reinforced composites, it helps to improve adhesion between the reinforced phase and the matrix, it might dissolve in the matrix and influence its mechanical properties. The first object of this investigation is to create new procedure for surface electroless metallization (Ni, Cu) on silicon carbon micro / nano particles and carbon fibres, using two nickel salts in alkaline solution without heating during electromagnetic/ ultrasonic stirring, capable to produce low phosphorous content metal (Ni-P / Ni-Cu-P) coatings with good wear resistance, high hardness and magnetic properties.

The principles to improve wettability are mainly based of decrease the surface tension of the liquid and of solid/liquid interfacial energy or increasing the surface energy of the solid phase. The suggested techniques to solve this are addition of alloying element, coating and/or treating the particles/fibres to be implemented by the metal matrix. The second object of this investigation is to developed applicable liquid fabrication techniques for implementation of reinforced phase (micro-/ nano particles) into pure aluminium / aluminium alloys melts using mechanical vibrations.

The similar is the problem during the surface alloying of aluminium matrix using alloying ceramic particles. The third object of this investigation is to developed applicable technology for surface hardfacing and alloying of aluminium / aluminium alloys using shielded gas metal welding of preliminary deposited layer or additional particles reinforced material.

БЛАГОДАРНОСТИ

Авторът благодари за предоставените възможности за провеждане на научни изследвания на съвременно високо ниво по линия на Договор № ДУНК-01/3 „Създаване на Университетски научно-изследователски комплекс (УНИК) за иновации и трансфер на знания в областта на микро/нано технологии и материали, енергийната ефективност и виртуалното инженерство“, както и изказва искрена благодарност на всички колеги, които са допринесли за реализирането на тази многообхватна експериментална работа.