

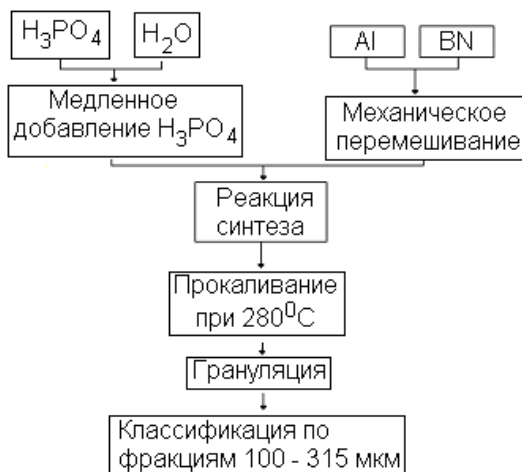
УДК 539.26; 621.793

РЕНТГЕНОФАЗОВЫЙ АНАЛИЗ ЗАЩИТНОГО ПОКРЫТИЯ НА ОСНОВЕ ПОЛИФОСФАТОВ, ПОЛУЧЕННОГО ПЛАЗМЕННЫМ НАПЫЛЕНИЕМ**А. Б. Загородний., В. И. Журавель, В. Н. Волчук, С. И. Веселова,
А. В. Лясота, В. И. Любушкин***ГВУЗ “Приднепровская государственная академия
строительства и архитектуры”*

Возрастающие требования к эксплуатационным характеристикам газотурбинных двигателей требуют разработки новых уплотнительных покрытий. Уплотнительное покрытие на основе алюмофосфатного связующего позволяет повысить рабочую температуру, уменьшить радиальные зазоры, что приводит к увеличению КПД двигателя в целом.

Алюмофосфаты относят к большому классу неорганических клеев, которые могут использоваться в качестве вяжущих в бетонах, в различных покрытиях и композиционных материалах, способных работать до 1650°C , для защиты металлов и сплавов от воздействия высокотемпературных высокоскоростных газов. Свойства полифосфатов подробно описаны в работах [1-2].

Исходный материал – порошок, приготовлен в результате синтеза: $50\% \text{Al} + 50\% \text{BN} + \text{H}_3\text{PO}_4$ (порошок на основе алюминия и нитрида бора смешивали с водным раствором ортофосфорной кислоты и высушивали при 280°C). Схема синтеза материала приведена на рисунке 1.

**Рис. 1.** Схема синтеза материала для уплотнительного покрытия.

После реакции синтеза произошло отвердевание вяжущей композиции. В ней образовались аморфные фосфаты с кристалликами алюминия. Об этом свидетельствуют данные рентгенофазового анализа (РФА). Водородные связи в фосфорных кислотах и их производных являются одним из главных факторов обуславливающих неупорядоченность структур растворов фосфорных кислот, а также их склонность к амофизации и стеклообразованию.

Фазовый состав материалов - исходного в виде порошка после грануляции и твердого покрытия определялся методом (РФА) на дифрактометре ДРОН-4-07. Рентгенограммы получены в медном излучении, отфильтрованным отражением от плоского монохроматора из графита на вторичном пучке. Регистрация дифрактограмм и первичная обработка осуществлялась с помощью программного комплекса PDOS с выводом дифрактограмм на экран монитора.

На рисунке 2 приведен участок дифрактограммы покрытия.

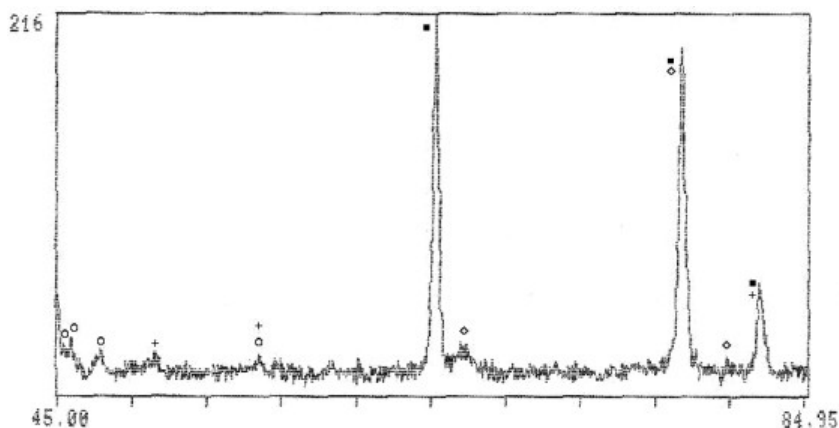


Рис. 2. Участок дифрактограммы уплотнительного покрытия. Идентифицированные фазы в покрытии: \diamond – тригон $AlPO_4$; \circ – гексагон $Al(PO_3)_3$; \blacksquare – ГЦК Al; $+$ – гексагон BN.

Критерием наличия фазы являлась совпадение не менее трех значений межплоскостных расстояний, соответствующих наиболее интенсивным ее линиям на дифрактограмме. На основании сравнения двух дифрактограмм, снятых с одного и того же образца при одинаковых условиях, отбирались совпадающие линии в пределах $\pm 0,05^\circ$.

Идентификация линий с низкой интенсивностью проводилась в режиме “луна” на нескольких участках с соответствующим их масштабированием. Результаты первичной обработки рентгенограмм представлены в виде таблицы, в которых приведено сравнение экспериментальных и табличных значений d/n и интенсивности дифракционных линий.

Данные по расшифровке дифрактограммы покрытия приведены в таблице 1.

Таблица 1.

Сравнение экспериментальных и табличных значений d/n и I

№	Экспериментальные данные			Табличные данные				Фаза	№ карточки ASTM
	2Θ	I	d/n	d/n	HKL	I/I_1	Тип решетки		
1	26,45	84	3,3696	3,369	102	100	Тригон.	$AlPO_4$	10-423
2	26,55	89	3,3572	3,337	211	100	Гексаг.	$Al(PO_3)_3$	15-0364
3	26,80	117	3,3264	3,33	002	100	Гексаг.	BN	9-12
4	28,35	31	3,1480	3,158	300	5	Гексаг.	$Al(PO_3)_3$	15-0364
5	38,50	915	2,3382	2,338 2,350	111 222	100 50	ГЦК Гексаг.	Al $Al(PO_3)_3$	4-0787 15-0364
6	44,75	416	2,0251	2,024	200	47	ГЦК	Al	4-0787
7	45,35	29	1,9997	1,995	311	30	Гексаг.	$Al(PO_3)_3$	15-0364
8	45,90	39	1,9770	1,965	322	40	Гексаг.	$Al(PO_3)_3$	15-0364
9	47,30	26	1,9217	1,934	214	40	Гексаг.	$Al(PO_3)_3$	15-0364
10	49,95	16	1,8258	1,817	102	13	Гексаг.	BN	9-12
11	55,80	23	1,6474	1,667 1,649	004 404	6 30	Гексаг. Гексаг.	BN $Al(PO_3)_3$	9-12 15-0364
12	65,15	216	1,4318	1,431	220	22	ГЦК	Al	4-0787
13	66,85	26	1,3876	1,389	206	11	Тригон.	$AlPO_4$	10-423
14	78,25	197	1,2217	1,221 1,211	311 216	24 5	ГЦК Тригон.	Al $AlPO_4$	4-0787 10-423
15	81,45	34	1,1862	1,187	310	7	Тригон.	$AlPO_4$	10-423
16	82,40	60	1,1703	1,169 1,173	222 112	7 8	ГЦК Гексаг.	Al BN	4-0787 9-12

В исходном порошковом материале рентгенографически выявлены полифосфаты алюминия с кубической ($t_{пл}=1240^{\circ}C$) и гексагональной решетками. Количество кубической модификации полифосфата (А) в порошке составляет 0,3 доли гексагональной модификации (В). Классификация полиморфных фаз полифосфата $Al(PO_3)_3$ приведена в работе[3]. В покрытии, которое получено в результате плазменного напыления, кристаллизуется из жидкой фазы благодаря осаждению на охлаждаемую подложку ($60-80^{\circ}C$) только гексагональная модификация полифосфата $Al(PO_3)_3$. Из сравнительного анализа интенсивности линий (211) и (322) для гексагональной модификации (В) полифосфата алюминия $Al(PO_3)_3$ следует, что его содержание в покрытии увеличилось приблизительно в 1,3 раза, а модификация (А) не зафиксирована. Установлено уменьшение в покрытии содержание тригонального кристобалита $AlPO_4$ в 2,5 раза по сравнению с исходным гранулированным порошком (по интенсивности линии (102)).

Таким образом, на основании РФА можно заключить, что материалы, полученные на основе алюмофосфатов, имеют гетерофазное кристаллическое строение и содержат рентгеноаморфную фазу. Их можно отнести к композитным материалам из-за присутствия дисперсных частиц алюминия и нитрида бора. Наличие рентгеноаморфной фазы подтверждается присутствием фона на рентгенограммах, которые являются результатом некогерентного рассеяния рентгеновских лучей от неупорядоченной структурной составляющей образцов.

Проведен сравнительный анализ количественного содержания каждой из фаз в покрытии по сравнению с исходным материалом. Фазовый состав в порошке и твердом покрытии, можно считать, качественно практически не изменился.

Использованная литература

1. Dachuan Chen, Liping He, Shouping Shang. Study on aluminum phosphate binder and related Al₂O₃-SiC ceramic coating. J. Mater. Sci. and Eng. A348 (2003) 29-35.
2. P.E. de Jongh, P.J.A. van Tilborg and H.J. Wondergem. Wet-Chemical Formation of Aluminophosphates. Journal of Sol-Gel Science and Technology. Volume 31, Numbers 1-3, 241-244.
3. Колейкин В.С., Климентьева В.С., Красный Б.Л. Огнеупорные растворы на фосфатных связующих. М.: Металлургия, 1986, с-102.