

*Ж. М. РАМАЗАНОВА, Л. М. МУСТАФА**АО «Национальный центр космических исследований и технологий»**Алматы, zhanat2005@yandex.kz*

ФОРМИРОВАНИЕ ОКСИДНОГО ПОКРЫТИЯ В ИМПУЛЬСНОМ РЕЖИМЕ МЕТОДОМ МИКРОДУГОВОГО ОКСИДИРОВАНИЯ

В настоящее время в качестве конструкционных материалов в современном машиностроении и космической отрасли широко используются алюминий и его сплавы. Одним из перспективных методов получения износостойких защитных покрытий на алюминии и его сплавах является метод микродугового оксидирования. При формировании оксидного покрытия в импульсном режиме методом микродугового оксидирования величина длительности анодного импульса тока оказывает существенное влияние на шероховатость покрытия. В данной работе исследовано влияние длительности анодного импульса тока на свойства оксидного покрытия, полученного методом микродугового оксидирования. Установлено, что с увеличением длительности анодного импульса тока увеличиваются толщина и шероховатость покрытия. Увеличение шероховатости покрытия связано с тем, что с ростом толщины покрытия увеличиваются мощность и интенсивность микроплазменных разрядов. Полученное оксидное покрытие имеет высокую износостойкость по сравнению с необработанным металлом основы. Покрытие, обладающее одновременно низкой шероховатостью и высокой износостойкостью, было получено при длительности анодного импульса 150–200 мкс. При этом шероховатость покрытия составила 0,9–2,2 мкм соответственно. Важной физико-механической характеристикой покрытия является его микротвердость, которая при толщине покрытия 19,7 и 26,5 мкм составляет 3,8 и 33,5 ГПа соответственно. Установлено, что при микродуговом оксидировании после слоя оксида формируется переходный слой вглубь металла с высоким значением микротвердости в сравнении с материалом подложки. При этом микротвердость переходного слоя постепенно уменьшается от оксидного слоя вглубь металла. Так, при формировании покрытия при длительности анодного импульса 100 мкс на глубине 15–40 мкм вглубь металла микротвердость переходного слоя постепенно уменьшается от 1047,4 МПа до 846,2 МПа. Исследования морфологии поверхности покрытий показали, что с увеличением толщины покрытия пористость уменьшается, и средний размер пор при длительности анодного импульса тока 200 мкс составляет 6,06 мкм.

Ключевые слова: микродуговое оксидирование, износостойкость, шероховатость покрытия, коэффициент трения.

Введение. В качестве конструкционных материалов в современном машиностроении и космической отрасли широко используются алюминий, титан, цирконий и их сплавы. Поиск новых эффективных покрытий с высокой износ-, коррозионно-, термостойкостью на детали машин и механизмов различного назначения идет непрерывно. Ввиду этого интерес представляет сравнительно новый метод обработки поверхности вентильных металлов – метод микродугового оксидирования (МДО) [1–3], который позволяет получать принципиально новые покрытия с уникальным комплексом свойств, характеризующиеся высокими эксплуатационными показателями. Особенностью метода микродугового оксидирования является то, что процесс протекает при высокой напряженности электрического поля и сопровождается образованием микроплазмы и микрооб-

ластей с высоким давлением за счет образующихся газов, что приводит к протеканию высокотемпературных химических превращений и транспорту вещества в дуге. Результатом действия микроплазменных разрядов является формирование слоя покрытия, состоящего из окисленных форм элементов металла основы и составляющих электролита. Основу покрытия преимущественно составляет $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (корунд) [3].

Актуальным является вопрос получения оксидного покрытия в режиме МДО с низкой шероховатостью, чтобы исключить дополнительные технологические операции по шлифованию внешнего слоя покрытия.

В этой связи представляет интерес исследование влияния длительности анодного импульса тока на свойства оксидных покрытий, полученных методом микродугового оксидирования.

Материалы и методы. Образцы для нанесения оксидного покрытия изготавливали из пластин алюминия марки А0 размером 2х2 см и толщиной 3 мм, площадь обрабатываемой поверхности составляла 8 см². Образцы перед нанесением оксидного покрытия методом МДО подвергались механической полировке и имели шероховатость Ra=0,098 мкм.

Формирование оксидного покрытия осуществляли в растворе электролита состава, г/дм³: Na₂HPO₄·12H₂O – 40; Na₂B₄O₇·10 H₂O – 30; H₃BO₃ – 20, NaF – 10. Электролит готовили на дистиллированной воде из реактивов марки «ч.д.а», «х.ч». Микродуговое оксидирование проводили в ванне, изготовленной из нержавеющей стали, объемом 0,70 дм³, снабженной системой водяного охлаждения. Катодом при процессе МДО являлся корпус ванны.

Процесс МДО вели с использованием импульсного источника питания, который позволял получать импульсы напряжения прямоугольной трапецеидальной формы при частоте следования импульсов 50 Гц. Процесс вели при плотности тока 114-130 А/дм².

Шероховатость покрытий измеряли с применением бесконтактного 3D-профилометра MICRO MEASURE 3D station. Микротвердость покрытий определяли на нанотвердомере «Nano Hardness Tester» путем вдавливания индентора с алмазным наконечником при максимальной нагрузке 20 мН. Износостойкость покрытия измеряли на высокотемпературном трибометре ТНТ-S-AX0000. Определение износостойкости покрытия основывалось на принципе трения шарикового индентора, выполненного из сплава ВК, о поверхность. При этом нагрузка составляла 1Н, линейная скорость 2,5 см/с, измерения осуществлялись при температуре 25 °С, влажности воздуха 50 %. Величина износостойкости определялась по площади трека, измеренного на трехмерном профилометре с использованием компьютерной программы Mountains Map Universal и получением трёхмерных изображений поверхности образцов с треком. Для каждого образца были получены 9 значений площадей трека и найдено среднее арифметическое значение. Толщину покрытий определяли на толщиномере QuaNix-1500. Толщину рассчитывали как среднее из 15 измерений, с обеих сторон образца. Пористость, форму, распределение пор по размерам анализировали путем обработки микрофотографий поверхности исследуемых образцов, полученных на растровом электронном микроскопе

Quanta 200i 3D, пользуясь методами планиметрии, секущих и точек, как отношение площади изображения пор к общей площади участка наблюдения [4].

Обсуждение результатов. Ведение процесса МДО в режиме постоянного тока приводит к сильному разогреву приэлектродного слоя, образованию оплавлений на поверхности образца, разрушению и отслаиванию покрытия, образованию покрытий с высокой шероховатостью.

Известно, что при формировании оксидного покрытия методом микродугового оксидирования в импульсном режиме величина длительности анодного импульса тока оказывает существенное влияние на шероховатость покрытия [5]. При малых значениях длительности анодного импульса тока микродуговые разряды возникают в течение короткого времени. При этом обрабатываемый материал не перегревается, и в интервале между импульсами тепло успевает отводиться в раствор. Малые значения длительности импульсов приводят к появлению оксидных образований малых размеров и к значительному количеству пор на единицу площади. Это способствует образованию равномерных покрытий с низкой шероховатостью. Значение длительности анодного импульса тока оказывает влияние на качество покрытия, в частности на его шероховатость. Изменения толщины и шероховатости покрытий при различных длительностях анодного импульса тока представлены в таблице 1, при этом шероховатость исходного образца без покрытия составляет 0,0984 мкм.

Как видно из полученных данных, с увеличением длительности анодного импульса тока толщина покрытия растет, увеличивается шероховатость покрытия. Последнее обусловлено тем, что с ростом толщины покрытия повышаются мощность и интенсивность микроплазменных разрядов. При этом наблюдается увеличе-

Таблица 1 – Значения толщины, шероховатости и коэффициента трения оксидного покрытия

№ образца	Режим МДО			Толщина покрытия, мкм	Шероховатость Ra, мкм	Коэффициент трения
	поляризующее напряжение, В	длительность анодного импульса тока, мкс	время процесса, мин.			
1	300	50	20	7,8	0,338	0,85
2		100	20	11,1	0,574	1,12
3		150	20	19,7	0,922	2,16
4		200	20	26,5	2,21	3,68

ние размеров отдельных микродуговых разрядов, происходит разогрев раствора в приэлектродном слое. Так как шероховатость покрытия зависит от коэффициента трения, то с увеличением шероховатости наблюдается увеличение и коэффициента трения.

При исследовании данных покрытий на износостойкость были получены трёхмерные изображения поверхностей образцов с треком. При этом установлено, что ширина трека исходного образца без покрытия превосходит ширину трека образцов с оксидным покрытием, полученных при различных длительностях анодного импульса тока. Значения площадей трека для образцов без покрытия и с оксидным покрытием представлены в виде диаграммы на рисунке 1.

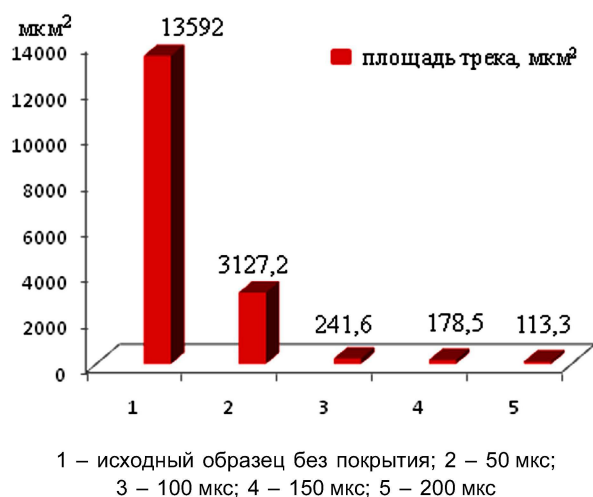


Рисунок 1 – Площадь треков при испытании на износостойкость образцов без покрытия и с оксидным покрытием, полученным при различных длительностях анодного импульса тока

Как видно из диаграммы, площадь трека образцов с оксидным покрытием значительно меньше площади трека исходного образца, что свидетельствует о высокой износостойкости образцов с оксидным покрытием. С увеличением длительности анодного импульса тока, с ростом толщины покрытия износостойкость покрытий повышается.

Важной физико-механической характеристикой покрытия является его микротвердость. Значения микротвердости на поверхности образцов в зависимости от режимов получения покрытия приведены в таблице 2.

Исследования по определению микротвердости вглубь образца показали, что в процессе МДО образуется переходный слой вглубь ме-

талла от оксидного слоя с постепенным уменьшением значения микротвердости. Так, при длительности анодного импульса тока 100 мкс на глубине от 15 до 40 мкм вглубь металла микротвердость переходного слоя постепенно уменьшается от 1047,4 до 846,2 МПа. Микротвердость исходного материала при этом составляет 261 МПа. На этом промежутке глубины также наблюдается увеличение модуля Юнга, среднее значение которого составляет 89 ГПа, тогда как исходный материал имеет модуль Юнга 70 ГПа [6].

Таблица 2 – Поверхностная микротвердость покрытия

№ образца	Поляризующее напряжение, В	Длительность анодного импульса тока, мкс	Микротвердость, МПа
1	300	50	1522,7
2		100	1888,2
3		150	3775,7
4		200	33543,9

Исследования морфологии поверхности покрытий на растровом электронном микроскопе показали, что при длительности анодного импульса тока 50 мкс формирование основного наружного функционального слоя является незавершенным, образование покрытия идет островками. При этом наблюдается образование значительного количества пор округлой формы на единицу площади поверхности. По мере увеличения длительности анодного импульса тока до 200 мкс характер микроплазменных разрядов меняется. Мелкие искровые разряды сменяются на крупные. Рост толщины покрытия приводит к заравниванию пор, количество пор уменьшается. В результате укрупнения размера искровых разрядов средний размер пор увеличивается. Значения поверхностной пористости приведены в таблице 3.

Таблица 3 – Поверхностная пористость оксидных покрытий

№ образца	Длительность анодного импульса тока, мкс	Толщина покрытия, мкм	Пористость ΔS , %	Количество пор на 1 cm^2 покрытия	Средний диаметр пор, мкм
1	50	7,8	6,42	1,1·10 ⁶	2,72
2	100	11,1	11,72	7,3·10 ⁵	4,5
3	150	19,7	5,57	3,5·10 ⁵	4,5
4	200	26,5	8,7	3,02·10 ⁵	6,06

Выводы. Исследовано влияние длительности анодного импульса тока на свойства оксидных покрытий. Показано, что длительность анодного импульса тока оказывает значительное влияние на шероховатость покрытия. С увеличением длительности импульса увеличиваются шероховатость покрытия, коэффициент трения.

Трибометрические исследования покрытий показали, что в результате микродугового оксидирования образуются износостойкие покрытия. При этом с увеличением длительности анодного импульса и толщины покрытия износостойкость покрытия возрастает. Микротвердость при толщинах покрытия 19,7 и 26,5 мкм составляет 3,8 и 33,5 ГПа соответственно. Установлено, что в результате микродугового оксидирования образуется переходный слой вглубь металла с высоким значением микротвердости по сравнению с необработанным алюминием. Микротвердость переходного слоя постепенно уменьшается вглубь металла.

ЛИТЕРАТУРА

- 1 Kurze P. Micro Arc/ Spark Anodization // Galvanotechnik.- 2003. – 94 (8). – P. 1850-1863.
- 2 Мамаев А.И., Мамаева В.А. Сильноточные процессы в растворах электролитов. – Новосибирск: Изд. СО РАН, 2005. – 255 с.
- 3 Суминов И.В., Эпельфельд А.В., Людин В.Б., Крит Б.Л., Борисов А.М. Микродуговое оксидирование: Теория, технология, оборудование. – М.: ЭКОМЕТ, 2005. – 368 с.
- 4 Салтыков С.А. Стереометрическая металлография. – М.: Металлургия, 1970. – 375 с.
- 5 Чубенко А.К., Мамаев А.И., Будницкая Ю.Ю., Дорофеева Т.И. Роль длительности токового им-

пульса как фактор управления физико-механическими характеристиками анодно-оксидных покрытий на примере сплава алюминия Д16 // Научно-технический вестник Поволжья. – 2013. – № 2. – С. 62-64.

6 Алюминий. Википедия свободная энциклопедия [Электрон. ресурс]. – URL: <https://ru.wikipedia.org/wiki/Алюминий> (дата обращения: 10.09.2015).

REFERENCES

- 1 Kurze P. Micro Arc / Spark Anodization. Galvanotechnik. **2003**. 94(8). 1850-1863 (in Eng.).
- 2 Mamaev A.I., Mamaeva V.A. *Sil'notochnye protsessy v rastvorakh ehlektrolitov* (High current processes in electrolyte solutions). Novosibirsk: SO RAN (Russian Academy of Science), **2005**. 255 (in Russ.).
- 3 Suminov I.V., Ehpel'fel'd A.V., Lyudin V.B., Krit B.L., Borisov A.M. *Mikrodugovoe oksidirovanie* (Micro-arc oxidation): *Teoriya, tekhnologiya, oborudovanie* (Theory, technology, instrumentation). Moscow: EhKOMET, **2005**. 368 (in Russ.).
- 4 Saltykov S.A. *Stereometricheskaya metallografiya* (Stereometric metallography), Moscow: Metallurgy, **1970**, 375 (in Russ.).
- 5 Chubenko A.K., Mamaev A.I., Budnitskaya Yu.Yu., Dorofeeva T.I. *Rol' dlitel'nosti tokovogo impul'sa kak faktor upravleniya fiziko-mekhanicheskimi kharakteristikami anodno-oksidnykh pokrytij na primere splava alyuminiya D16* (The role of duration of the current pulse as a control factor of physico-mechanical characteristics of anodic oxide coatings on aluminum alloy example D16). *Nauchno-tekhnicheskij vestnik Povolzh'ya = Science-technical bulletin*. **2013**. 2. 62-64 (in Russ.).
- 6 Alyuminij. *Vikipediya svobodnaya ehntsiklopediya* (Aluminium. Wikipedia, the free encyclopedia) [Ehlektron. resurs].-URL: <https://ru.wikipedia.org/wiki/Алюминий> (data obrashcheniya: 10.09.2015) (in Russ.).

Авторы статьи выражают благодарность проф. А. И. Мамаеву, а также Центру исследования свойств материала Физико-технического института Томского политехнического университета, Казахскому национальному университету им. аль-Фараби за проведение испытаний полученных оксидных покрытий.

Работа выполнена в рамках проекта по грантовому финансированию Министерства образования и науки Республики Казахстан.

ТҮЙІНДЕМЕ

Қазіргі уақытта, қазіргі заманғы инженерлік және ғарыш саласында құрылымдық материалдар ретінде кеңінен алюминий және оның қорытпалары пайдаланылады. Алюминий және оның қорытпалары бойынша тозуға төзімді қаптамаларды өндіру үшін болашағы бар әдістерінің бірі микродоғалы жабын әдісі болып табылады. Анод ағымдағы импульс ұзақтығы микродоғалық тотығу құнына импульстік режимде оксиді қалыптастыратын, жабуға кезде бетінің кедір-бұдырлығы елеулі әсер етеді. Бұл жұмыста біз микродоғалы тотығу өндірілген оксиді жабыны қасиеттеріне анодты ағымдағы импульс ұзақтығы әсерін зерттеу. Анод ағымдағы импульс ұзақтығы ұлғайу кезінде бетінің қалыңдығы мен кедір-бұдырлық артуы анықталды. Жабынның кедір-бұдырлығының артуының себебі, жабын қалыңдығының үлкеюіне байланысты микроплазмалық разрядтың қуаты да арта түседі. Алынған тотық жабындысы өңделмеген металлмен салы-

стырғанда тозуға төзімділігі әлде-қайда жоғары. Жабын, бір уақытта төменгі кедір бұдырлықты және ең жоғарғы тозуға төзімділігін 150-200 мкс анодтық импульс ұзақтылықта алынды. Жабынның кедір-бұдырлығы 0,9-2,2 мкм құрады. Жабынның маңызды физика-механикалық сипаттамасы оның микроқаттылығы болып табылады. Жабын қалыңдығы 19,7 және 26,5 мкм болғанда, микроқаттылығы 3,8 және 33,5 ГПа құрады. Микродоғалы тотықтандыру кезінде тотық қабатынан кейін, жабыстыру материалымен салыстырғанда, микроқаттылығы жоғары мәні бар, металдық ішкі қабатына өтетін қабат қалыптасатыны белгілі болды. Мұндай жағдайда ауыспалы қабаттың микроқаттылығы тотық қабатының металлға тереңдеген сайын азая түседі. Сөйтіп, 15-тен 40 мкм тереңдікке 100 мкс анодты импульс ұзақтығында жабынды қалыптастыру кезінде ауыспалы қабаттың микроқаттылығы 1047,4 МПа-дан 846,2 МПа-ға дейін кемиді. Жабынды бетінің морфологиясын зерттеу көрсеткендей, жабынды қабаты көбейген сайын кеуектілік азая түседі, 200 мкс тоғінің ұзақ анодты импульсі кезінде кеуектің орташа көлемі 6,06 мкм құрайды.

Түйінді сөздер: микродоғалы тотықтану, тозу төзімділігі, жабынның кедір-бұдырлығы, үйкеліс коэффициенті.

SUMMARY

Currently aluminium and its alloys are widely used as composite constructional materials in innovative space and civil engineering sectors. Micro-arc oxidation is one of the most promising methods of obtaining anti-abrasion coatings on aluminium and its alloys. During anodizing in pulsed regime by micro-arc oxidation duration of anode pulse significantly influences on coating roughness. In current study such influence was researched. It was established that with increase of duration of anodizing, thickness and roughness of coating also increase. Increase of roughness can be attributed to rising pulse intensity which caused by increased thickness. Wear resistance of obtained coating exceeds one of unmachined surface. Coating which combines low roughness and also high wear resistance was obtained with anodic impulse duration of 150-200 μ s, and coating roughness was 0.9-2.2 μ m respectively. Micro-hardness is one of the most important physical-mechanical characteristic of coating. Micro-hardness at coating thickness of 19.7 and 26.5 μ m is 3.8 and 33.5 GPa respectively. It was ascertained that transition inward metal layer with higher micro-hardness than of base material (substrate) is formed after oxide layer during micro-arc oxidation. At that micro-hardness of transition layer gradually decrease from oxide coating towards metal. In that way with impulse duration of 100 μ s at a depth from 15 to 40 μ m micro-hardness gradually drops from 1047.4 MPa to 846.2 MPa. Analysis of coating morphology shows that with thickness raise, porosity decreases and average pore size at anodizing duration of 200 μ s is 6.06 μ m.

Key words: micro-arc oxidation, wear resistance, coating roughness, constant of friction.

Поступила 28.08.2015

