

**В.В. ТИХОНЕНКО**, аспирант, УИПА, г. Харьков,

**А.М. ШКИЛЬКО**, канд. физ.-мат. наук, доцент, УИПА, г. Харьков

## **ДИАГНОСТИКА НАРУЖНОГО СЛОЯ ПОКРЫТИЯ, ПОЛУЧЕННОГО МИКРОДУГОВЫМ ОКСИДИРОВАНИЕМ НА СПЛАВАХ АЛЮМИНИЯ**

Стаття присвячена дослідженню фізико-механічних властивостей зовнішнього технологічного шару МДО-покриття на алюмінієвих сплавах різних груп із додатковим залученням екзоемісійної діагностики і методу контактної різниці потенціалів. Запропоновано метод екзоелектронної емісії використовувати для діагностики і виявлення дефектів на поверхні МДО-покриттів.

The article is dedicated to research of physical-mechanical properties of external technological layer of micro-arc oxide coatings on the aluminum alloys of different groups with additional using of exoemission diagnostics and method of contact potentials difference. Method of exoelectron emission is suggested to use for diagnostics and detecting defects on the surface of micro-arc oxide coatings.

### **Введение**

В настоящее время интенсивно развиваются методы поверхностной обработки, связанные с использованием высококонцентрированных источников энергии – электрических разрядов и др. Метод микродугового оксидирования (МДО) позволяет получать на деталях из вентильных металлов и их сплавов покрытия, отличающиеся высокими изоляционными, механическими, электро- и теплофизическими характеристиками и эксплуатационными свойствами. Сущность МДО заключается в том, что под действием высокого напряжения, прикладываемого между находящейся в электролите деталью и электродом, на поверхности детали возникают мигрирующие точечные микродуговые разряды, под термическим, плазмохимическим и гидродинамическим воздействием которых поверхностный слой детали перерабатывается в керамическое покрытие, прочносцепленное с металлической основой [1].

Одним из подтверждений того, что покрытия, сформированные МДО, обладают уникальным комплексом свойств, служит тот факт, что в последнее десятилетие число работ по их изучению и практическому применению в различных отраслях значительно увеличилось [2 – 5]. Метод интенсивно развивается в высокоразвитых промышленных странах, так в России данное на-

правление включено в перечень основных программ, которые поддерживаются и финансируются РосНано.

Наибольшее распространение в машиностроении получили оксидокерамические покрытия, полученные микродуговой обработкой, на алюминиевых сплавах. МДО-покрытия наносятся на поршни, гильзы, торцовые уплотнения и другие детали двигателей, компрессоров и насосов, подшипники скольжения и качения, зубчатые передачи, детали для сельскохозяйственной техники и др.

Многочисленными исследованиями было установлено, что МДО-покрытия на алюминии и его сплавах, полученные в силикатно-щелочном электролите, состоят в основном из трех слоев: тонкого переходного, прилегающего к металлу и обуславливающего высокую адгезионную прочность; основного рабочего с максимальной твердостью и минимальной пористостью, состоящего из смеси  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  и других соединений; наружного технологического, обогащенного алюмосиликатами [5 – 6]. Свойства таких покрытий различны по толщине упрочненного слоя, что требует исследования каждого из слоев. Сведения по внешнему слою в литературе неоднозначны. Наличие этого рыхлого слоя существенно ухудшает антифрикционные свойства пары трения, что часто приводит к тому, что деталь с покрытием вызывает повышенный износ сопрягаемой с ней детали при их взаимодействии, за счет чего происходит снижение износостойкости соединения в целом. В процессе эксплуатации наблюдается осыпание частиц рыхлого слоя покрытий. Поэтому, при работе МДО-покрытий в парах трения рекомендуется предварительно удалять рыхлый слой механическим путем или предусматривать операцию приработки. Однако, с другой стороны в поры покрытия можно вводить различные материалы, придавая покрытию определенные качества. При наполнении в различных химических растворах после промывки и перед сушкой оксидные покрытия приобретают коррозионную стойкость. МДО-покрытия могут служить в качестве электроизоляционных покрытий, если их наполнить электроизоляционными лаками для пропитывания пор в покрытии, что позволяет создавать на их основе нагревательные элементы (т.к. оксидные покрытия являются диэлектриком, а алюминиевые сплавы, на которые их наносят – хорошими проводниками). Развитость поверхности позволяет использовать МДО-покрытия в качестве подслоя для защитных покрытий, поскольку общая открытая пористость покрытия определяет адгезию защитного слоя к подслою.

Учитывая вышесказанное, исследование наружного технологического слоя покрытий, сформированных способом МДО, представляет значительный интерес и требует дополнительных исследований с привлечением новых методов диагностики.

Целью настоящей работы является исследование физико-механических свойств наружного технологического слоя МДО-покрытий на алюминиевых сплавах различных групп с привлечением дополнительно экзоэмиссионной диагностики и метода контактной разности потенциалов.

### **Методика эксперимента**

Исследование рыхлого слоя проводили на образцах с МДО-покрытиями, полученными на деформируемом сплаве Д16 и литейном АК7ч.

Формирование покрытий на сплавах проводили при следующих режимах: плотность тока 25...30 А/дм<sup>2</sup>; соотношение катодной и анодной токовых составляющих – 1,3; продолжительность обработки – 90 мин.; состав электролита: 1 г/л КОН и 10 г/л Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> [7].

Толщина получаемых покрытий 100 – 140 мкм.

При исследовании структуры и свойств применялись металлографический анализ, метод экзоэмиссионной диагностики и контактной разности потенциалов, измерение шероховатости и микротвердости.

Микротвердость покрытий измеряли на ПМТ-3 при нагрузке на индентор 0,5 Н.

Методом контактной разности потенциалов проводили измерение поверхностного потенциала (ПП).

Пористость оценивали по падению интенсивности экзоэмиссионного тока с поверхности покрытия в зоне дефекта по методике, изложенной в [8].

### **Результаты и обсуждение**

Наличие так называемого рыхлого слоя на поверхности является характерной особенностью МДО-покрытий.

Доля рыхлого слоя составляет 30 – 40 % от общей толщины покрытия в зависимости от условий электролиза и определяется составом электролита и длительностью процесса. Ниже приведены результаты исследований поверхностного слоя МДО-покрытия.

Наружный технологический слой МДО-покрытия имеет принципиально отличное строение от внутренних слоев.

Основу этого рыхлого слоя на всех исследуемых образцах, по данным рентгеноструктурного анализа, составляет фаза, которая идентифицируется как муллит ( $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ ).

Встречаются также отдельные глобулы из  $\alpha$ - и  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

Авторы работы [9] выявили, что в этом слое муллит представлен в виде игольчатых кристаллов-двойников.

Такие классические кристаллы муллита присущи только приповерхностной зоне.

В основном и переходном слоях МДО-покрытия муллит находится в мелкокристаллическом состоянии.

Основным носителем твердости упрочненного слоя является фаза  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  (корунд), содержащаяся в наибольшем количестве во внутреннем слое.

В наружном технологическом слое из-за интенсивного теплоотвода в электролит и полиморфного превращения с образованием высокотемпературных модификаций оксида алюминия не происходит, а формируются только низкотемпературные фазы, характеризующиеся низкой твердостью.

Соответственно результаты измерения твердости рыхлого слоя, обусловленные влиянием  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  и муллита, составляют для образцов из сплава Д16 – 7,5 ГПа, АК7ч – 4 ГПа.

Коррозионная стойкость МДО-покрытий определяется, прежде всего, химической инертностью самого покрытия и его сквозной пористостью.

Для покрытий, формируемых МДО, характерно наличие как сквозных, так и замкнутых пор, которые представляют собой совокупность микродефектов и каналов, образующихся в результате горения микродуговых разрядов [10].

При измерении пористости установлено, что технологический слой покрытия характеризуется наибольшей пористостью, которая для образцов из сплава Д16 находилась в интервале 7...23 %, АК7ч – 15...30 %.

На пористость существенное влияние оказывают плотность тока, а также состав и температура электролита.

При увеличении плотности тока до  $25 \text{ А/дм}^2$  происходит снижение пористости, по сравнению с низкими значениями плотности, поскольку с увеличением числа и мощности микродуговых разрядов оксиды кремния, содержащиеся в электролите, имея меньшую температуру плавления, «залечивают» дефектные участки на поверхности образца и заполняют поры в по-

крытии. Дальнейшее повышение плотности тока до  $30 \text{ A/дм}^2$  приводит к росту кристаллов в покрытии и росту пористости.

При этом искровые разряды возникают на большем расстоянии друг от друга, не успевая сплавлять границы образующихся кристаллов.

Данные выводы не противоречат результатам [11].

Для повышения коррозионной стойкости и уменьшения пористости МДО-покрытий применяют наполнение дистиллированной водой или водными растворами различных солей [3].

Наполнение происходит из-за гидратации  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  и адсорбции компонентов электролита оксидной пленкой в технологическом и переходном слоях МДО-покрытия, рабочий слой же химически инертен.

При механическом удалении технологического слоя поровые каналы покрытия закупориваются, переходный слой не гидратируется.

Анализ рельефа МДО-покрытия указывает на высокую развитость поверхности, наличие открытой пористости и неравномерности рельефа.

После оксидирования шероховатость образцов несколько увеличивается, особенно, для образцов сплава АК7ч.

Шероховатость  $R_z$  составила 25 мкм для Д16 и 35 мкм для АК7ч.

Изменение условий на поверхности твердотельного объекта оказывает влияние на величину ПП, интенсивность и кинетику экзоэмиссии.

Изменение величины ПП зависит как от физико-химического состояния поверхностного слоя материала, так и от способа обработки поверхности (степень шероховатости).

После МДО-обработки значение ПП увеличивается и с течением времени возвращается в исходное состояние в результате адсорбции активных веществ окружающей атмосферы и других физико-химических процессов, протекающих на поверхности. Значение ПП для рыхлого слоя на 0,1 – 0,2 мВ меньше, чем для основного слоя.

Кинетика экзоэлектронной эмиссии (ЭЭ) практически полностью определяется поверхностным слоем образца, а не материалом подложки [12], поэтому этот метод выбран для исследования технологического слоя. Послойное исследование упрочненного слоя позволило установить изменение эмиссионных свойств по толщине. Когда интенсивность эмиссии достигала максимума, деформацию прекращали, и наблюдалось затухание эмиссии электронов. При этом были выявлены зоны, для каждой из которых приведена зависимость  $I = f(\epsilon)$  (рисунок).

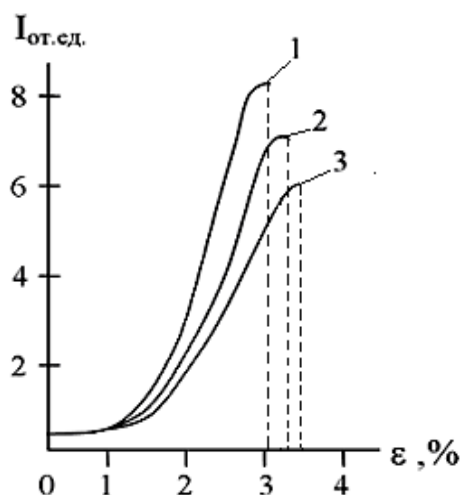


Рисунок – Изменение интенсивности ФСЭЭ в зависимости от степени деформации:  
 1 – наружный технологический слой, 2 – Д16 с естественной оксидной пленкой;  
 3 – основной слой.

Для наружного технологического слоя, по сравнению с остальными слоями, измеримое отклонение тока эмиссии от фонового значения регистрируется раньше и при меньшем значении нагрузки, что связано с рыхлой и пористой структурой слоя.

Предложено метод ЭЭ использовать для диагностики и обнаружения дефектов на поверхности МДО-покрытий. К наиболее встречающимся дефектам относят растрескивание оксидного покрытия в отдельных местах, отсутствие покрытия на отдельных участках детали, прожог металла, местное растравливание (коррозия) оксидного покрытия после оксидирования. Такая объективная оценка качества покрытий позволяет установить причины возникновения дефектов и оперативно их устранить.

Подытожив обсуждение результатов исследования, отметим, что на количественное соотношение фаз по толщине упрочнённого слоя, шероховатость, микротвердость и пористость наружного технологического слоя и упрочненного слоя МДО-покрытия в целом существенное влияние оказывают состав и концентрация компонентов электролита, а также режимы МДО и продолжительность оксидирования.

### **Заключение**

При использовании МДО-покрытия в качестве электроизоляционного, коррозионностойкого или как подслоя для защитных покрытий значительное влияние оказывает наружный технологический слой, поэтому необходимо

контролировать его физико-механические свойства и наличие дефектов, подобрав предварительно оптимальные режимы микродуговой обработки.

Свойства покрытий, формируемых МДО на литейных и деформируемых алюминиевых сплавах, различны. В связи с этим необходимо обоснованно выбирать алюминиевый сплав для изготовления конкретной детали, которая будет подвергнута упрочнению МДО, предварительно зная условия её эксплуатации.

Используя предложенные методики, в дальнейшем предполагается провести систематические исследования рабочего слоя и выдать рекомендации по разработке оптимальных технологических режимов получения износостойких покрытий на конкретных алюминиевых сплавах.

Выражаем благодарность В.В. Борисову и И.В. Компанейцу за помощь в проведении экспериментов.

**Список литературы:** 1. Коломейченко А. В. Микродуговое оксидирование как способ восстановления и упрочнения деталей машин / А. В. Коломейченко, В. Н. Логачёв, Н. С. Чернышов // Инженерия поверхности и реновация изделий: матер: 2-й Междунар. науч.-техн. конф. – Киев: АТМ Украины. – 2002. – С. 73 – 76. 2. Мамаев А.И. Сильноточковые процессы в растворах электролитов / А.И. Мамаев, В.А. Мамаева. – Новосибирск: Изд-во СО РАН, 2005. – 254 с. 3. Микродуговое оксидирование (теория, технология, оборудование) / [Суминов И. В., Эпельфельд А.В., В.Б. Людин и др.]. – М: ЭКОМЕТ, 2005. – 368 с. 4. Малышев В. Н. Особенности формирования покрытий методом анодно-катодного микродугового оксидирования / В. Н. Малышев // Защита металлов. – 1996. – Т. 32, № 6. – С. 662 – 667. 5. Суминов И.В. Микродуговое оксидирование (обзор) / [И.В. Суминов, А.В. Эпельфельд, В.Б. Людин и др.] // Приборы. – 2001. – № 9. – С. 13 – 23. 6. Федоров В.А. Формирование упрочненных поверхностных слоев методом микродугового оксидирования в различных электролитах и при изменении токовых режимов / В.А. Федоров, В.В. Белозеров, Н.Д. Великосельская // Физика и химия обработки материалов. – 1991. – № 1. – С. 87 – 93. 7. Михеев А.Е. Технологические возможности микродугового оксидирования алюминиевых сплавов / [А.Е. Михеев, В.В. Стацура, Н.А. Терехин и др.] // Вестник машиностроения. – М.: – 2003. – № 2. – С. 56 – 63. 8. Патент на корисну модель 51613 Україна, МПК G01N 15/08. Спосіб визначення пористості поверхневих шарів твердих тіл / Тихоненко В. В., Шкілько А. М., Компанієць І. В.; власник Українська інженерно-педагогічна академія. – № u201000284; заявл.14.01.2010; опублік. 26.07.2010, Бюл. № 14. 9. Алехин В.П. Особенности микроструктуры упрочненных слоев, получаемых микродуговым оксидированием / [В.П. Алехин, В.А. Федоров, С.И. Булычев и др.] // Физика и химия обработки материалов. – 1991. – № 5. – С. 121-126. 10. Черненко В.И. Получение покрытий анодно-искровым электролизом / В.И. Черненко, Л.А. Снежко, И.И. Потапова. – Л.: Химия, 1991. – 128 с. 11. Каракозов Э.С. Микродуговое оксидирование – перспективный процесс получения керамических покрытий / Э.С. Каракозов, А.В. Чавдаров, Н.В. Барыкин // Сварочное производство. – 1993. – № 6. – С. 4 – 7. 12. Шкілько А.М. Экзоэмиссионная диагностика поверхности конструкционных материалов: монография / А.М. Шкілько. – Х.: Ноулідж, 2009. – 240 с.

Поступила в редколлегию 22.07.10