

С.А. Подшивалкин, А.Н. Торбеев
S.A. Podshivalkin, A.N. Torbeev

Пермский национальный исследовательский политехнический университет
Perm National Research Polytechnic University

СТРУКТУРА И СВОЙСТВА ОКСИДИРОВАННЫХ ПОКРЫТИЙ

STRUCTURE AND PROPERTIES OF OXIDISED LAYER

Приведен краткий обзор влияния различных факторов на свойства оксидированного покрытия на примере сплава алюминия АМг6.

Ключевые слова: микродуговое оксидирование, микротвердость, толщина поверхностного слоя, алюминиевый сплав АМг6.

In this article provides a brief overview of the influence of various factors on the properties of oxidized layer of aluminum alloy АМг6.

Keywords: microarc oxidation, microhardness, thickness of the surface layer, aluminum alloy АМг6.

В настоящее время активно идут разработки технологических процессов улучшения износостойкости, твердости, коррозионной стойкости, теплостойкости поверхности деталей, работающих в условиях повышенного эксплуатационного износа. Одним из таких процессов является микродуговое оксидирование, которое является разновидностью поверхностного упрочнения и обработки. Процесс оксидирования похож на традиционное анодирование, но отличается использованием микроразрядов, которые позволяют путем электрохимических процессов в среде различных электролитов получить поверхностные керамические покрытия, отвечающие всем необходимым требованиям. Сейчас происходит активное изучение и постепенное внедрение микродугового оксидирования (МДО) в современные технологические процессы машиностроения [1–5].

Нами были изучены влияния различных факторов на повышение толщины и микротвердости оксидированного рабочего слоя. Исследования проводились на образцах алюминия марки АМГ-6. После оксидирования были подготовлены микрошлифы.

Измерения толщины проведены в профессиональной программной среде на компьютере, подключенном к металлографическому микроскопу МИМ-8. Этим же программным пакетом замеряли микротвердость по Виккерсу, для отметок использовали ПМТ-3М.

Целью является исследование структурной зависимости свойств оксидированных покрытий, а именно влияния режимов оксидирования на толщину и микротвердость покрытий [6, 7].

Оксидированные покрытия на алюминии, полученные в спиртовом и перекисном электролите, состоят из трех слоев:

- 1) тонкого переходного;
- 2) основного рабочего, с максимальной твердостью и минимальной пористостью, состоящего в основном из корунда ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$);
- 3) наружного технологического, обогащенного компонентами электролита.

Традиционная металлография позволяет фиксировать изображения микроструктуры металла и покрытия, но не дает возможности четко разграничивать зоны рабочего слоя покрытия и зоны внешних слоев покрытия, обладающих открытой пористостью. Рассмотрим микроструктуру оксидированного покрытия на алюминии с выделением рабочего слоя с указанием режима и средней толщины покрытия (рис. 1).

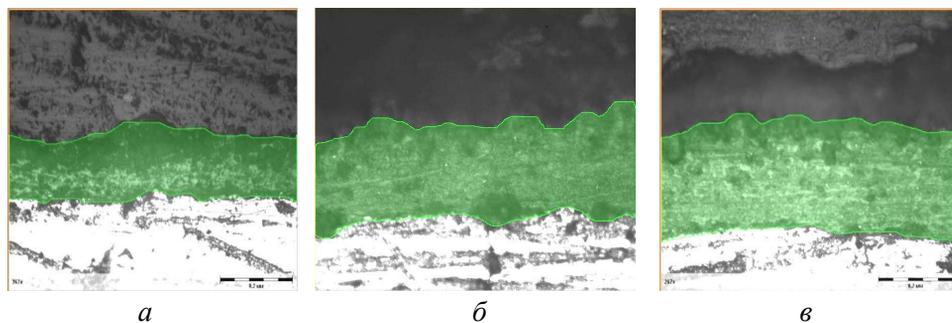


Рис. 1. Микроструктура оксидированного покрытия на алюминии с выделением рабочего слоя: *а* – $t = 10$ мин, $h_{\text{cp}} = 122$ мкм; *б* – $t = 20$ мин, $h_{\text{cp}} = 201$ мкм; *в* – $t = 30$ мин, $h_{\text{cp}} = 235$ мкм

Свойства оксидированных покрытий (микротвердость рабочего слоя и подслоя, толщина покрытия) и режимы процесса оксидирования алюминия (время и состав электролита) приведены в табл. 1.

Таблица 1

Свойства оксидированных покрытий и режимы процесса
оксидирования алюминия

| Номер образца | Режим и состав электролита | | | Свойства покрытия | | |
|---------------|-------------------------------|---|---------------------------------------|--|--|---|
| | Время оксидирования t , мин | Концентрация изопропилового спирта, об. % | Концентрация перекиси водорода, об. % | Средняя толщина рабочего слоя $h_{ср}$, мкм | Микротвердость подслоя $HV_{п.с.}$, Н/мм ² | Микротвердость рабочего слоя HV_c , Н/мм ² |
| 1 | 10 | 15 | 100 | 122 | 1020 | 2460 |
| 2 | 10 | 25 | 50 | 203 | 3200 | 2220 |
| 3 | 10 | 25 | 150 | 133 | 2520 | 2530 |
| 4 | 10 | 35 | 100 | 207 | 3680 | 2510 |
| 5 | 20 | 15 | 50 | 192 | 1740 | 3110 |
| 6 | 20 | 15 | 150 | 226 | 1870 | 3660 |
| 7 | 20 | 25 | 100 | 204 | 2530 | 2930 |
| 8 | 20 | 25 | 100 | 198 | 1360 | 2700 |
| 9 | 20 | 25 | 100 | 201 | 1090 | 3500 |
| 10 | 20 | 35 | 50 | 237 | 1530 | 3550 |
| 11 | 20 | 35 | 150 | 190 | 1000 | 2910 |
| 12 | 30 | 15 | 100 | 188 | 1100 | 1640 |
| 13 | 30 | 25 | 50 | 226 | 2050 | 3140 |
| 14 | 30 | 25 | 150 | 235 | 2640 | 1710 |
| 15 | 30 | 35 | 100 | 186 | 2020 | 2320 |

На основе табличных данных была составлена матрица планирования трехфакторного эксперимента Бокса – Бенкена [8]. Результаты представлены в виде двумерных сечений отклика толщины оксидного слоя h и микротвердости рабочего слоя HV на рис. 2–4.

Двумерное сечение поверхности отклика критерия оценки h (рис. 2) относительно факторов времени оксидирования X_1 и содержания изопропилового спирта X_2 при фиксации содержания перекиси водорода X_3 на нулевом уровне представляет собой контурные прямые равных значений.

Двумерное сечение поверхности отклика критерия оценки h (рис. 3) относительно факторов содержания изопропилового спирта X_2 и содержания перекиси водорода X_3 при фиксации времени оксидирования X_1 на нулевом уровне представляет собой контурные прямые равных значений.

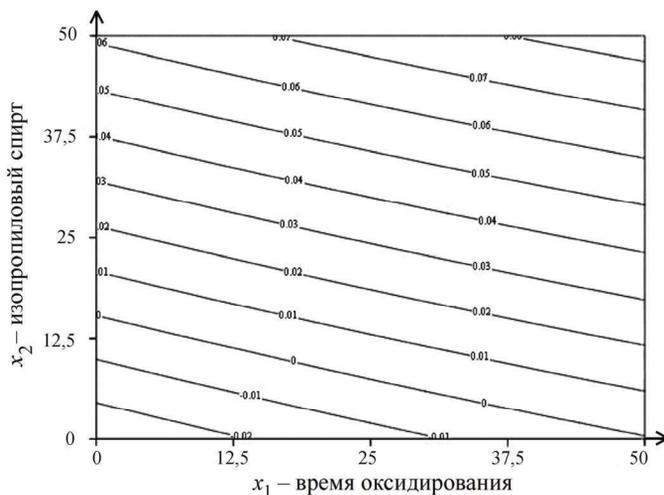


Рис. 2. Двумерное сечение отклика толщины оксидного слоя относительно факторов X_1 , X_2 , мм

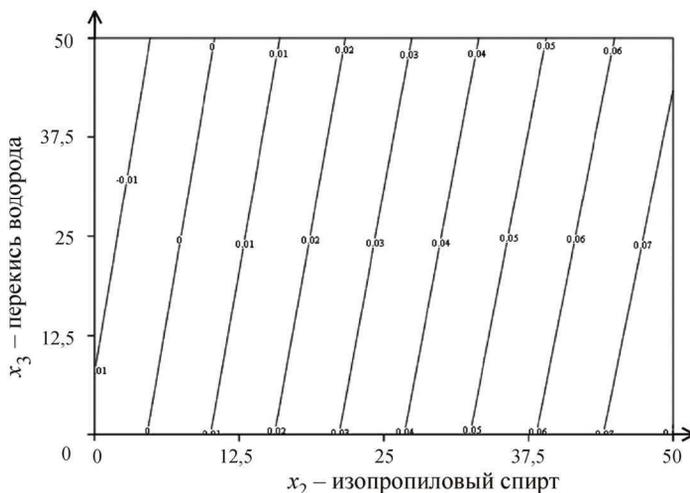


Рис. 3. Двумерное сечение отклика толщины оксидного слоя относительно факторов X_2 , X_3 , мм

Двумерное сечение поверхности отклика критерия оценки NV (рис. 4) относительно факторов времени оксидирования X_1 и содержания изопропилового спирта X_2 при фиксации содержания перекиси водорода X_3 на нулевом уровне представляет собой контурные кривые равных значений в виде семейства сопряженных эллипсов.

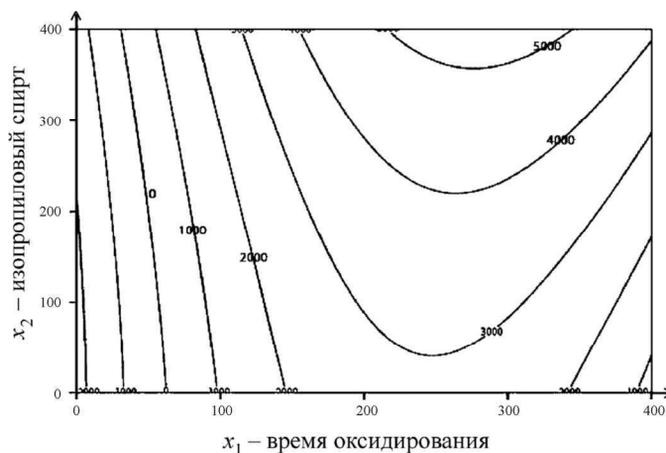


Рис. 4. Двумерное сечение отклика микротвердости рабочего слоя относительно факторов $X_1, X_2, \text{H}/\text{мм}^2$

Из сопоставления данных таблицы и поверхностей отклика видно, что наименьшей толщиной (122 мкм) обладает покрытие на образце 2, полученное при наименьшем времени оксидирования (10 мин) и минимальной концентрации спирта в электролите. Максимальная толщина покрытия (235 мкм) получена при времени выдержки 30 мин в перекисно-спиртовом электролите на образце 10. Средняя толщина покрытия, образующегося при выдержке 10 мин, составляет 140–150 мкм, при выдержке 20 мин – 170 мкм.

Вообще увеличение времени выдержки до 30 мин приводит к образованию слоя покрытия толщиной не менее 180–190 мкм независимо от состава электролита.

Существенное значение для сохранения высокой износостойкости изделий имеет равномерность толщины МДО покрытия. На рис. 5, 6 показаны отпечатки индентора микротвердомера, распределенные по высоте оксидированного покрытия от металла с переходным слоем к рабочему и поверхностному.

Различие в микротвердости слоя, переходного от основного и рабочего слоев, составляет не более 10–15 %. Поверхностный пористый слой, который, как правило, снимается механической обработкой, существенно уступает рабочему по микротвердости.

Анализ зависимости микротвердости оксидированного слоя от времени процесса показывает, что максимальная средняя микротвердость рабочего слоя (13 ГПа) достигается через 20 мин от начала процесса оксидирования, при большей продолжительности процесса микротвердость либо остается на том же уровне, либо немного понижается. Это понижение может быть связано со значительным ростом толщины покрытия (свыше 400 мкм) и формированием

технологического внешнего слоя, что, очевидно, вызывает разупрочнение нижележащих рабочих слоев оксидного покрытия. Таким образом, предварительно можно сделать вывод о том, что оптимальная толщина слоя, обеспечивающая микротвердость не ниже 2500 Н/мм^2 , составляет $150\text{--}250 \text{ мкм}$.

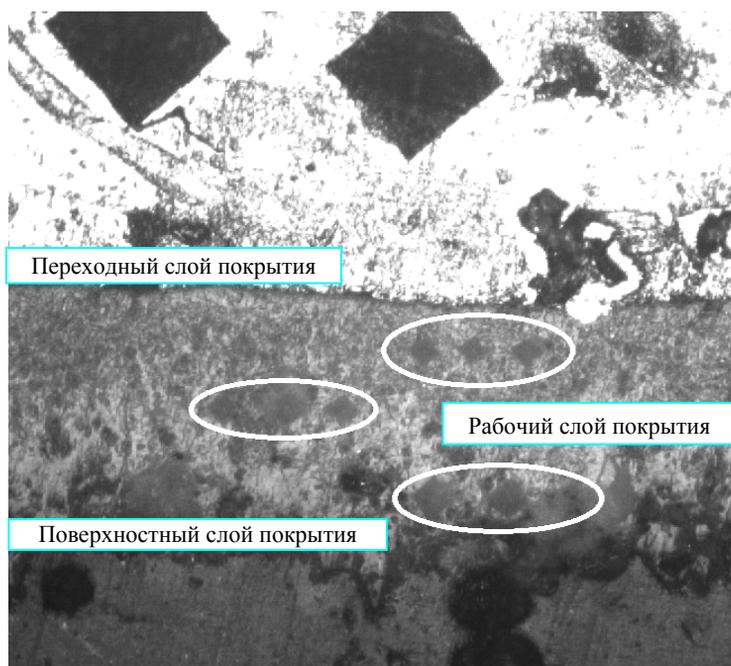


Рис. 5. Отпечатки индентора микротвердомера, распределенные по высоте оксидированного покрытия

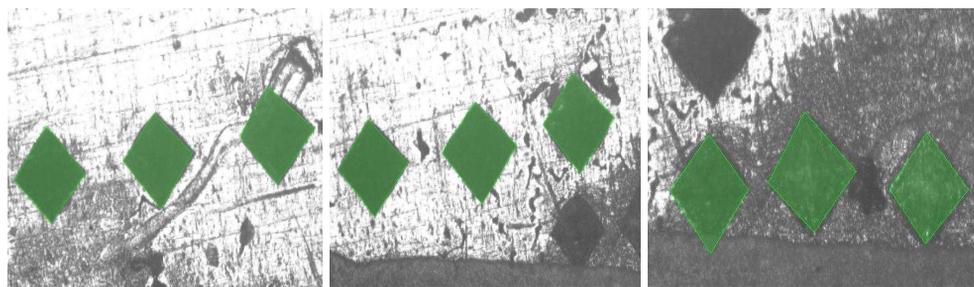


Рис. 6. Отпечатки индентора микротвердомера, распределенные по высоте в основном металле и переходном слое

Зависимость микротвердости по пути от основного металла к верхнему слою оксидированного покрытия показана на следующем графике (рис. 7).

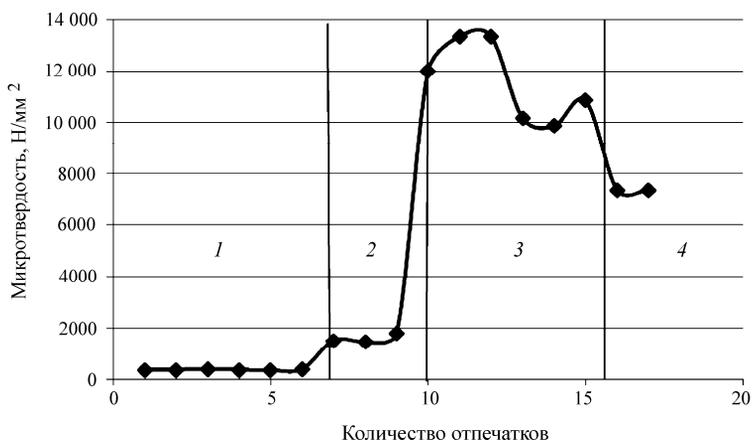


Рис. 7. Микротвердость на участках металл-покрытие: 1 – основной металл; 2 – переходный слой; 3 – рабочий слой покрытия; 4 – поверхностный слой покрытия

Общая зависимость толщины и твердости от времени процесса МДО показана на рис. 8.

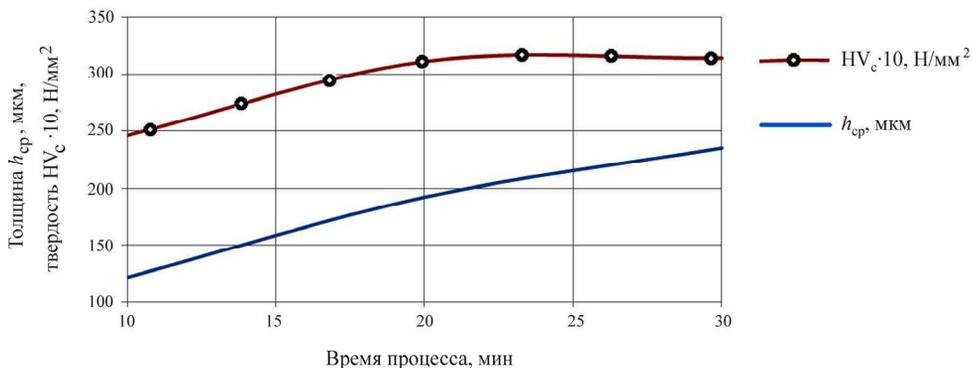


Рис. 8. Зависимость толщины и твердости от времени оксидирования

В результате проведенного исследования можно выделить следующее. С увеличением толщины рабочего слоя более 200 мкм рост микротвердости замедляется и остается на одном уровне. Наиболее благоприятная картина наблюдается при увеличении времени процесса оксидирования: микротвердость увеличивается пропорционально толщине.

Регрессионный анализ на основе матрицы планирования трехфакторного эксперимента Бокса – Бенкена показал, что на толщину и микротвердость при увеличении времени оксидирования в равной степени благоприятно влияет

повышенное содержание перекиси водорода по отношению к изопропиловому спирту.

Существенное значение для сохранения высокой износостойкости изделий имеет равномерность толщины МДО покрытия. Добиться этого позволяет предварительная подготовка поверхности изделий и последующая механическая обработка.

Список литературы

1. Горчаков А.И., Кривоносова Е.А. К вопросу образования пор в покрытиях при микродуговом оксидировании // Тяжелое машиностроение. – 2008. – № 7. – С. 26–29.

2. Горчаков А.И., Бородин Н.М., Кривоносова Е.А. Кинетические закономерности формирования покрытий на сплавах алюминия при микродуговом оксидировании // Вестник ПГТУ. Машиностроение, материаловедение. – Пермь, 2010. – Т. 12, № 5. – С. 78–86.

3. Кривоносова Е.А. Применение теории фракталов в металловедении сварки и покрытий // Сварка и диагностика. – 2008. – № 1. – С. 2–5.

4. Кривоносова Е.А., Мусин Р.К., Горчаков А.И. Фрактальный подход в металловедении сварки и покрытий // Сборник трудов Пятого международного междисциплинарного симпозиума «ФиПС–08. Прикладная синергетика в нанотехнологиях», Москва, 17–20 ноября 2008 г. – М., 2008. – С. 444–447.

5. Фрактальный анализ структурообразования покрытий при микродуговом оксидировании / Е.А. Кривоносова, О.А. Рудакова, А.И. Горчаков, Н.М. Бородин // Сварка и диагностика. – 2010. – № 1. – С. 37–41.

6. Харитонов Л.Г. Определение микротвердости. – М.: Металлургия, 1967. – С. 20–45.

7. Влияние параметров микродугового оксидирования на свойства покрытий, формируемых на алюминиевых сплавах / О.Н. Дунькин [и др.] // ФХОМ. – 2000. – № 2. – С. 49–53.

8. Адлер Ю.П., Маркова Е.В. Планирование эксперимента при поиске оптимальных условий. – М.: Наука, 1976. – 279 с.

Получено 18.10.2012

Подшивалкин Сергей Александрович – магистрант, ПНИПУ, МТФ, ТСП-11м, e-mail: serg5433gtx@mail.ru.

Торбеев Александр Николаевич – магистрант, ПНИПУ, МТФ, ТСП-11м, e-mail: sasha_torbeev@mail.ru.