

Влияние параметров МДО-процесса на шероховатость и ударопрочность покрытий, сформированных на сплавах алюминия Д16 и АМг3

А.И. Кондратенко, П.И. Бутягин, И.А. Екимова, С.С. Арбузова, А.В. Большанин

*АО «МАНЭЛ», Томск, Россия,
manel@manel.ru*

Аннотация. Микродуговое оксидирование сплавов алюминия в растворах электролитов в импульсном режиме, является одним из перспективных и развивающихся методов получения многофункциональных покрытий. Одна из важных проблем данного процесса - плохая управляемость, обусловленная наличием множества разнородных факторов таких как режим формирования МДО-покрытия, материал подложки. В данной работе показана зависимость физико-химических характеристик МДО-покрытия от режима формирования и от материала подложки. Описана структура, представлены результаты измерения микротвёрдости и EDS анализа на границе раздела металл – МДО-покрытие.

Ключевые слова: микродуговое оксидирование, микротвёрдость, граница раздела металл – МДО-покрытие, шероховатость, ударопрочность.

1. Введение

Алюминий и его сплавы являются одним из перспективных и широко применяемых материалов во многих сферах промышленности. В сравнении с такими материалами как сталь и чугун, алюминий является более технологичным – скорость обработки данного металла выше, при этом стоимость ниже. Изделия из алюминия, в сравнении со стальными и чугунными, обладают меньшим весом, более высоким значением теплопроводности – это позволяет облегчать конструкции, снижать рабочую температуру узлов механизмов. К недостаткам алюминия и его сплавов можно отнести низкую износостойкость, высокий коэффициент теплового расширения, формирование неравномерной и пористой оксидной плёнки на поверхности. Снижение влияния негативных факторов на изделия из алюминия и его сплавов возможно путём модифицирования поверхности [1].

Одним из современных и перспективных методов модифицирования поверхности является метод микродугового оксидирования (МДО). Суть метода микродугового оксидирования заключается в том, что при пропускании тока высокой плотности через границу раздела металл-электролит создаются условия для возникновения микроплазменных разрядов высокой температуры и давления. Результатом воздействия микроплазменных разрядов на поверхность изделия является формирование защитного слоя. Метод микродугового оксидирования позволяет формировать защитное покрытие на поверхности алюминия, магния, титана, циркония, тантала, необия и др. Защитное покрытие, полученное методом МДО, состоит из оксидных форм металла подложки и соединений, формируемых из электролита.

Преимуществом метода МДО являются формирование защитного покрытия на изделиях сложной геометрической формы, экологичность электролитов, работа при стандартных температурах 20–25 °С, МДО-покрытия возможно получать на разных сплавах алюминия, титана, магния одинаково высокого качества.

Исследование границы раздела металл-МДО покрытие при использовании разных технологических параметров поможет более детально изучить процессы формирования МДО покрытия, рассмотреть вопросы влияния электрических параметров на свойства защитных оксидных покрытий, управлять МДО-процессом для получения покрытий с требуемыми характеристиками.

Ранее в работах [2] исследовалось влияние параметров МДО на свойства покрытий, однако отсутствует информация о влиянии параметров МДО на ударопрочность покрытий.

Данный показатель важен особенно при эксплуатации покрытий на деталях оптических приборов, стрелкового оружия, эксплуатирующихся в жестких условиях.

2. Материалы и методы исследования

МДО покрытия формировалось в анодном режиме по технологии, разработанной в АО «МАНЭЛ», на подложках из сплавов алюминия Д16 и АМгЗ в фосфатном электролите «Manel-B» (рН = 6) при помощи импульсного источника питания ARCCOR III (производства АО «ЭлеСи»).

После МДО обработки образцы промывали в дистиллированной воде, далее просушивали в сушильном шкафу при температуре 100 °С. На образцах с МДО покрытием проводили измерение шероховатости поверхности с помощью измерителя шероховатости TR220, эластичность оценивали визуально штампом Эриксона, ударопрочность определяли прибором для определения прочности покрытия при ударе Константа У2-М. Испытания считались успешными если после падения бойка с высоты 50 сантиметров на покрытие, оно не отслаивалось от металла. Для исследования границы раздела металл – МДО-покрытие из полученных образцов были изготовлены шлифы. Электронную микроскопию границы раздела металл-МДО с отпечатками индентора проводили для всех 12 шлифов на сканирующем электронном микроскопе JSM-7500FA (JEOL, Япония) с энергодисперсионным микроанализатором EDS. Режим съёмки выбирался для получения наиболее контрастного изображения отпечатков индентора. Микротвёрдость измерялась по ISO14577-1 на ультрамикротвердомере DUH-211S (Shimadzu, Япония) методом индентирования трёхгранного алмазного наконечника Берковича (пирамида с углом наклона граней 115°) при режиме нагрузки «50 мН» ($F_{max} = 51.6–52.9$ мН) с определением величин твёрдости индентирования H_{it} и $HMT115$, автоматически фиксируемыми прибором по величине глубины вдавливания, условной твёрдости по Виккерсу HV^* , пересчитанной из значений H_{it} , а также прямым измерением размеров отпечатков индентирования для определения величины микротвёрдости $HT115$ «Triangular pyramid hardness with 115° tip angle». Выбор типа индентора и нагрузки индентирования (50 мН) обусловлен морфологическим характером исследуемых образцов. Толщину покрытия на образцах измеряли вихревым толщиномером Positector 6000 (± 1 мкм + 1%), измерения проводились не менее трёх раз в каждой точке.

3. Результаты и их обсуждение

МДО покрытия формировались при напряжении 600 В, длительность импульса изменяли в зависимости от режима от 20 до 200 мкс, значения частоты от 70 до 300 Гц (Таблица 1). В первые 5–10 минут микроплазменной обработки на образцах формировался переходный слой металл – МДО-покрытие толщиной от 5 до 10 мкм, далее на всех двенадцати образцах формировалось защитное МДО покрытие толщиной 30–40 мкм. Режимы формирования МДО покрытия и средняя скорость нанесения представлены в Таблице 1.

Таблица 1. Основные технологические параметры формирования МДО покрытий

Наименование режима	Напряжение, В	Частота следования импульса, Гц	Длительность импульса, мкс	Скорость формирования МДО покрытия мкм/мин
Режим I	600	70	20	0.125
Режим II	600	150	20	0.33
Режим III	600	300	20	0.5
Режим IV	600	70	200	1.6
Режим V	600	150	200	4
Режим VI	600	300	200	32

Из Таблицы 1 видно, что средняя скорость формирования МДО покрытий составляла от 0.125 до 32 мкм/мин, скорость менялась в зависимости от задаваемых частоты следования импульса от 70 до 300 Гц и его длительности от 20 до 200 мкс. График изменения скорости формирования МДО-покрытия представлен на Рис.1.

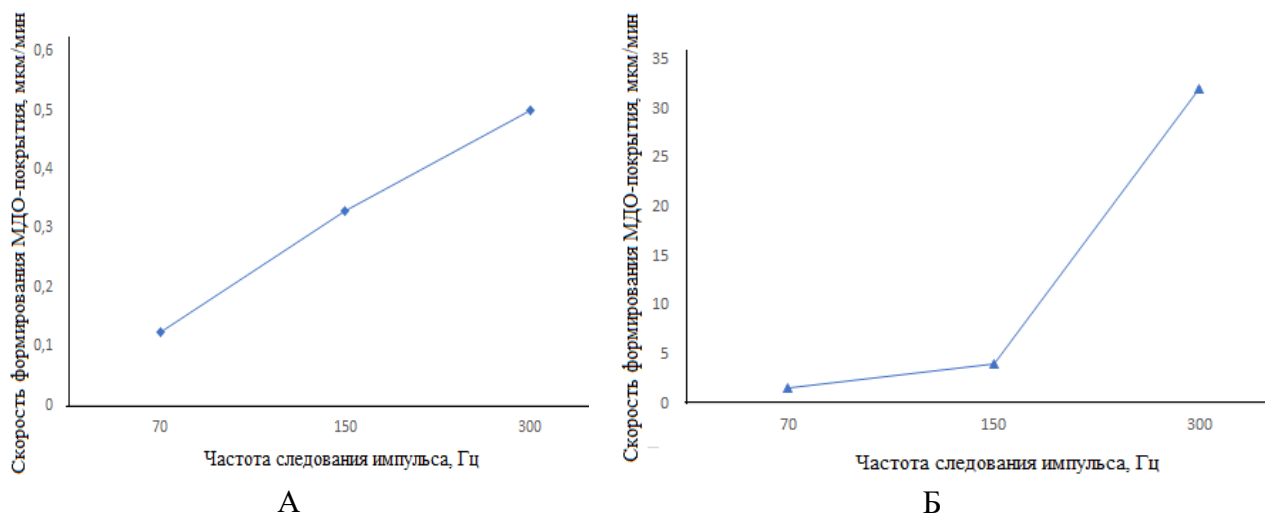


Рис.1. Графики изменения скорости формирования МДО-покрытия в зависимости от изменения частоты следования импульса А) длительность импульса 20 мкс, Б) длительность импульса 200 мкс.

Средние значения шероховатости, полученные при исследовании поверхности образцов с МДО покрытием, представлены в Таблице 2.

Таблица 2. Значения шероховатости поверхности МДО-покрытия, сформированного на образцах из сплавов Д16 и АМг3

Образец, №	Материал подложки	Режим формирования МДО покрытия	Шероховатость, R_a
1	Д16	Режим I	1.45
2		Режим II	1.61
3		Режим III	2.18
4		Режим IV	2.36
5		Режим V	2.35
6		Режим VI	2.85
7	АМг3	Режим I	1.37
8		Режим II	1.71
9		Режим III	1.89
10		Режим IV	2.12
11		Режим V	2.56
12		Режим VI	2.91

Как видно из Таблицы 2 наименьшее значение шероховатости МДО поверхности достигается при формировании МДО покрытия по режиму I для всех исследуемых сплавов, наибольшее значение шероховатости соответствует покрытию, полученному при режиме VI. Таким образом, увеличение частоты следования импульса и его длительности, при формировании МДО процесса приводит к росту шероховатости МДО-покрытия, а также к увеличению скорости его формирования [3, 4].

График изменения шероховатости поверхности в зависимости от скорости формирования МДО покрытий представлен на Рис.2.

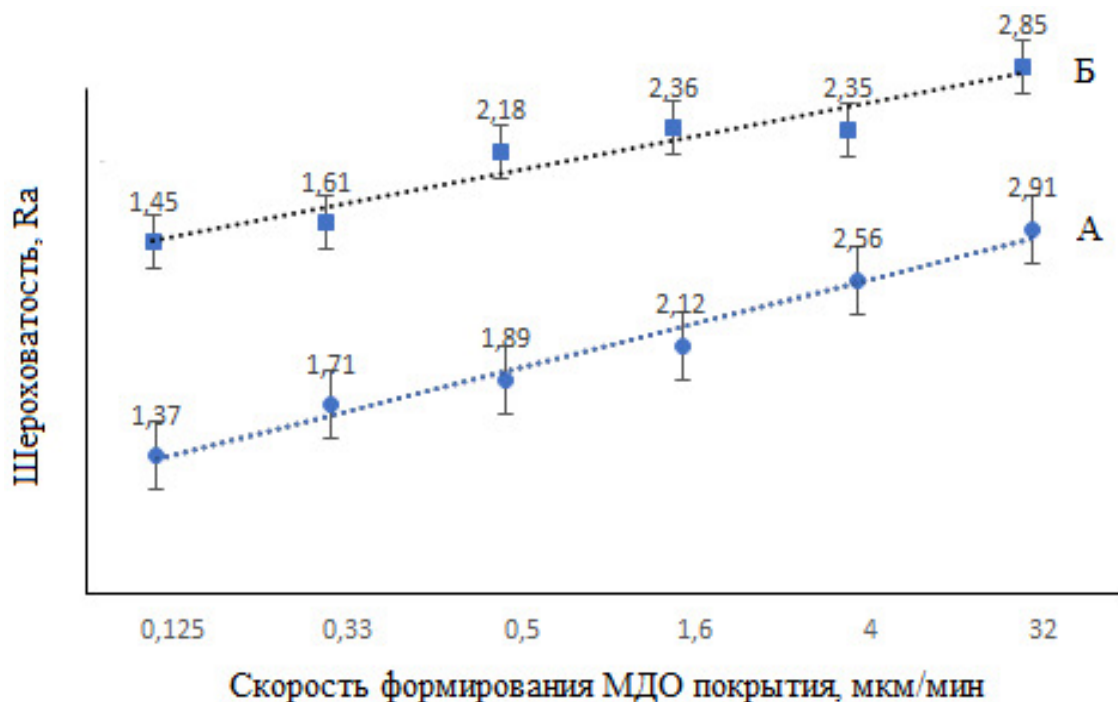


Рис.2. Графики изменения шероховатости поверхности в зависимости от скорости формирования МДО покрытия на образцах из сплавов А) АМгЗ (образцы №7-12), Б) Д16 (образцы №1-6).

Далее образцы с МДО-покрытием оценивали на эластичность, испытания прерывались, как только начиналось отслоение покрытия. Полученные значения глубины вдавливания индентера представлены в Таблице 3.

Таблица 3. Значения глубины вдавливания индентера в МДО-покрытие на сплавах алюминия Д16 и АМгЗ

№ образца	Режим формирования МДО	Материал образца	Глубина вдавливания индентера, мм
1	I	Д16	4
2	II		3.7
3	III		2.9
4	IV		2.3
5	V		1.9
6	VI		1.8
7	I	АМгЗ	4.8
8	II		4.2
9	III		3.7
10	IV		2.9
11	V		2.3
12	VI		2.1

Из Таблицы 3 видно, что самые высокие значения глубины вдавливания, индентера в МДО-покрытие, получены на образцах №1 и №7, МДО покрытие формировали при режиме I. Меньшими значениями глубины вдавливания индетера обладают покрытия, полученные при режиме VI, который характеризуется высокими значениями длительности импульса (200 мкс) и частоты следования импульса (300 Гц). Таким образом, эластичность МДО-покрытий, формируемых на сплавах алюминия АМгЗ и Д16 уменьшается при увеличении длительности импульса и частоты его следования.

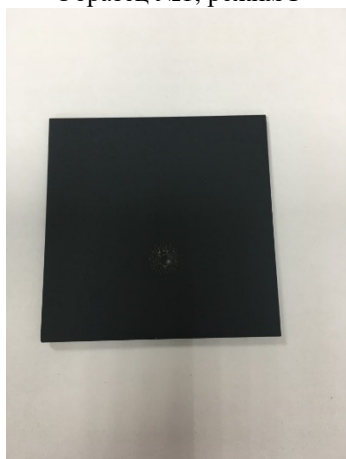
Оценка ударопрочности проводилась на приборе «Константа У2М» визуально. Примеры образцов с МДО-покрытием после испытаний представлены на Рис.3.



Образец №1, режим I



Образец №7, режим I



Образец №6, режим VI



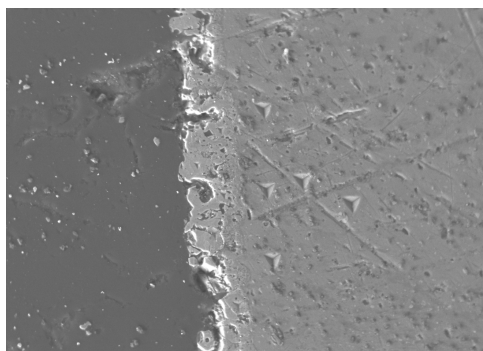
Образец №12, режим VI

Рис.3. Образцы с МДО покрытием, сформированным на сплавах Д16 (образцы №1, 6) и АМг3 (образцы №7, 12) после испытаний на ударопрочность.

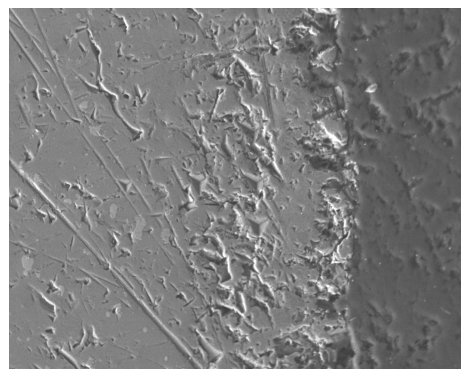
Из Рис.3 видно, что на МДО-покрытии, сформированном на подложках из сплава Д16, после падения бойка формируется кратер, сколов и отслоений покрытия не обнаружено. На образцах с МДО-покрытием, сформированным на сплавах АМг3, видно, что после удара на образце наблюдается растрескивание покрытия по контуру удара. Также можно заметить, что МДО-покрытия сформированные при высоких значениях частоты следования импульса от 70 до 300 Гц и длительности импульса от 20 до 200 мкс, больше подвержены растрескиванию и отслоению после ударных нагрузок. Таким образом, МДО-покрытие, сформированное на подложке из сплава Д16 более устойчиво к ударным нагрузкам чем МДО-покрытие получаемое на образцах из сплава АМг3.

Увеличение длительности импульса и частоты следования импульса при формировании МДО-покрытий приводит к уменьшению устойчивости к ударным нагрузкам. Это скорее всего связано с прочностными характеристиками сплава Д16 [5].

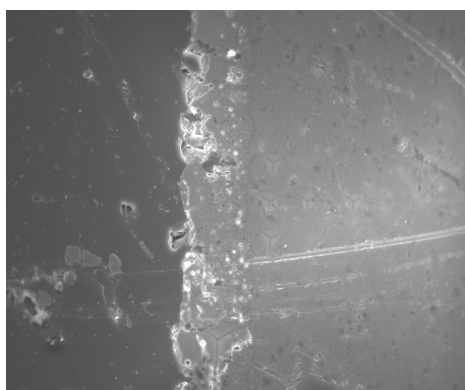
Из образцов с МДО покрытием с помощью оборудования ЦКП НИИ ТПУ были изготовлены шлифы. Примеры микрофотографий шлифов на границе раздела металл-МДО покрытие представлены на Рис.4.



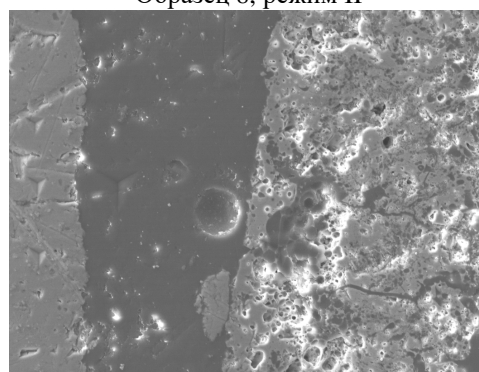
Образец 2, режим II



Образец 8, режим II



Образец 3, режим III



Образец 9, режим III

Рис.4. Микрофотографии РЭМ границы раздела металл – МДО-покрытие на сплавах алюминия Д16 и АМг3.

Из Рис.2 видно, что на шлифах алюминиевых образцов с МДО-покрытием заметны поры, трещины. При этом, размер и количество пор увеличивается с ростом скорости формирования МДО-покрытия. На образце №4 (режим IV) было получено максимальное значение пористости 20%, минимальное значение пористости 8% было получено на образце №8 (режим II), размеры пор составляли до 4 мкм [6].

Измерение микротвёрдости проводилось согласно схеме (Рис.5), расстояние между уколами определялось наличием бездефектной области.

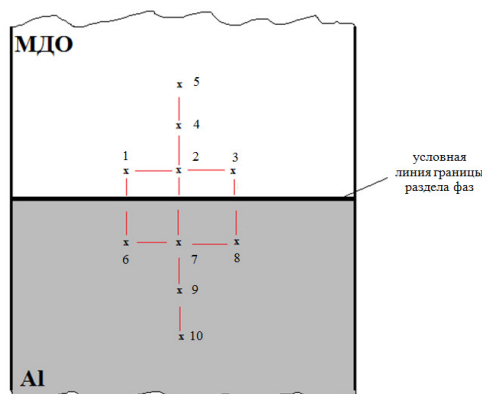


Рис.5. Схема расположения точек измерения.

Результаты измерений микротвёрдости представлены в Таблицах 4 и 5.

Из Таблицы 4 видно, что на образцах, изготовленных из сплава Д16, максимальным значением микротвёрдости обладает покрытие, сформированное при режиме III. Минимальное

значение микротвёрдости МДО-покрытия на подложке Д16 было сформированно по режиму IV. Следует отметить, что значения микротвёрдости возле границы раздела металл-МДО покрытие и на расстоянии от него практически не меняется. Таким образом, можно сделать вывод что, микротвёрдость МДО-покрытия на сплаве алюминия Д16 незначительно зависит от его толщины.

Таблица 4. Результаты измерений микротвёрдости МДО-покрытия и алюминиевых подложек на границе раздела металл-МДО-покрытие образцов из сплава Д16

№ образца	Режим	Материал образцов	Значение микротвёрдости, HV		Расстояние от границы раздела металл-МДО покрытие, мкм	
1	I	Д16	МДО покрытие	346	27	МДО покрытие
				288	16	
				362	10	
			Граница раздела металл – МДО-покрытие			
			Подложка	134	15	Подложка
123	34					
115	65					
2	II		МДО покрытие	227	30	МДО покрытие
				364	21	
				394	14	
			Граница раздела металл – МДО-покрытие			
			Подложка	150	12	Подложка
131	41					
130	68					
3	III		МДО покрытие	578	26	МДО покрытие
				396	18	
				362	14	
			Граница раздела металл – МДО-покрытие			
		Подложка	126	15	Подложка	
151	39					
145	71					
4	IV	МДО покрытие	270	27	МДО покрытие	
			181	15		
			272	9		
		Граница раздела металл – МДО-покрытие				
		Подложка	148	13	Подложка	
122	47					
135	80					
5	V	МДО покрытие	320	30	МДО покрытие	
			465	21		
			458	12		
		Граница раздела металл – МДО-покрытие				
		Подложка	75	11	Подложка	
151	45					
228	69					
6	VI	МДО покрытие	471	28	МДО покрытие	
			463	18		
			481	10		
		Граница раздела металл – МДО-покрытие				
		Подложка	132	15	Подложка	
132	40					
119	75					

Таблица 5. Результаты измерений микротвёрдости МДО-покрытия и алюминиевых подложек на границе раздела металл-МДО-покрытие для образцов из сплава АМг3

№ образца	Режим	Материал образцов	Значение микротвёрдости, HV		Расстояние от границы раздела металл-МДО покрытие, мкм	
7	I	АМг3	МДО покрытие	206	31	МДО покрытие
				229	20	
				443	11	
			Граница раздела металл – МДО-покрытие			
			Подложка	64	13	Подложка
73	38					
211	63					
8	II		МДО покрытие	568	30	МДО покрытие
				511	17	
				682	10	
			Граница раздела металл – МДО-покрытие			
			Подложка	64	13	Подложка
90	42					
189	79					
9	III		МДО покрытие	170	26	МДО покрытие
				204	18	
				250	7	
			Граница раздела металл – МДО-покрытие			
		Подложка	109	12	Подложка	
115	40					
127	71					
10	IV	МДО покрытие	392	27	МДО покрытие	
			460	20		
			483	9		
		Граница раздела металл – МДО-покрытие				
		Подложка	69	16	Подложка	
102	45					
197	70					
11	V	МДО покрытие	604		МДО покрытие	
			310			
			650			
		Граница раздела металл – МДО-покрытие				
		Подложка	70	11	Подложка	
102	38					
201	65					
12	VI	МДО покрытие	174		МДО покрытие	
			440			
			270			
		Граница раздела металл – МДО-покрытие				
		Подложка	61	15	Подложка	
93	45					
218	74					

На образцах из сплава АМг3, большим значением микротвёрдости обладает покрытие, сформированное при режиме II, меньшим значением микротвёрдости обладает покрытие, сформированное по режиму III. Из таблицы видно, что значения микротвёрдости на МДО покрытии увеличиваются в зависимости от его толщины.

Из Таблицы 3 можно заметить, что значения микротвёрдости алюминиевой подложки Д16 после МДО обработки меняются незначительно. Измерения микротвёрдости подложки из

сплава АМгЗ показали, что после МДО обработки, значения микротвёрдости были снижены у всех образцов на расстоянии до 50 мкм от границы раздела металл – МДО-покрытие. Таким образом, МДО обработка ведёт к разупрочнению алюминиевой подложки из сплава АМгЗ.

В подтверждение полученных результатов для подложек из сплава алюминия АМгЗ был проведён EDS анализ в области металл – МДО-покрытие. Результаты анализа представлены на Рис.6.

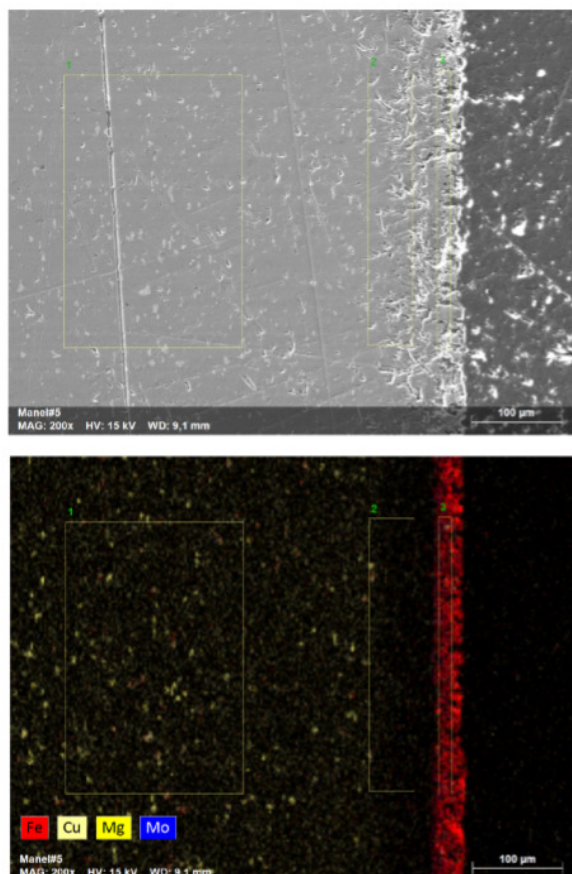


Рис.6. Результаты EDS анализа границы раздела металл-МДО покрытие на сплаве АМгЗ (режим II).

Как видно из Рис.6, на границе раздела металл-МДО покрытие заметны множественные дефекты – трещины, поры. В зоне 2, практически полностью отсутствуют легирующие элементы в металле подложки. Большая концентрация железа Fe наблюдается в зоне 3. Таким образом, МДО обработка сплава АМгЗ в электролите Manel-B приводит к уменьшению легирующих элементов в поверхностной области металл-МДО покрытие, увеличению концентрации железосодержащих соединений. Вероятно, изменения элементного состава поверхностного слоя в сплаве АМгЗ после МДО обработки в электролите Manel-B приводит к уменьшению значений микротвёрдости.

4. Заключение

Изменение частоты следования импульса влияет на скорость формирования МДО покрытия для сплавов Д16 и АМгЗ. Увеличение частоты следования импульса приводит к росту скорости формирования МДО покрытия.

Увеличение скорости формирования МДО покрытия на подложках алюминиевых сплавов Д16 и АМгЗ приводит к образованию более шероховатой поверхности.

Увеличение таких электрических параметров режима формирования МДО-покрытия как длительность импульса и частота его следования приводит к уменьшению устойчивости к ударным нагрузкам.

Микраструктура МДО покрытия и алюминиевых подложек на границе раздела металл-МДО-покрытие представляет область, насыщенную порами и развитыми микротрещинами, что влияет на микротвёрдость покрытия.

Измерения показали, что на подложке из сплава Д16 покрытие с большими значениями микротвёрдости формируется при высоком значении частоты следования импульса 300 Гц и малом значении длительности импульса 20 мкс. Значения микротвёрдости МДО покрытия и подложки не изменяются в зависимости от расстояния от границ раздела металл-МДО покрытие.

На подложке алюминиевого сплава АМг3 покрытие с большим значением микротвёрдости было получено при значении частоты следования импульса 150 Гц и длительности импульса 20 мкс. Значения микротвёрдости покрытия и подложки увеличивались в зависимости от расстояния до границы металл-МДО покрытие. Малые значения микротвёрдости алюминиевой подложки на глубине до 50 мкм от границы раздела металл-МДО покрытие, могут означать разупрочнение поверхностного слоя образца после МДО обработки.

МДО обработка подложки из сплава АМг3 в электролите Manel-B приводит к уменьшению легирующих элементов и увеличению железосодержащих соединений в поверхностном слое. Вероятно, изменение элементного состава в поверхностном слое образцов из сплавов АМг3 после МДО обработки приводит к его разупрочнению на расстояние до 50 мкм от границы раздела металл – МДО-покрытие.

МДО-покрытие, сформированное на сплаве алюминия Д16, в целом, показало большую устойчивость к ударным нагрузкам чем покрытие полученное на образцах АМг3. Данный результат коррелирует с полученными значениями микротвёрдости на границе раздела металл – МДО-покрытие. Вероятно, разупрочнение поверхностного слоя, вблизи границы раздела металл – МДО-покрытие, на сплавах АМг3 после МДО обработки, снижает устойчивость МДО-покрытия к ударным нагрузкам. Таким образом, устойчивость МДО-покрытия к ударным нагрузкам зависит от сплава подложки.

Благодарность

В работе применялось оборудование ЦКП НОИЦ НМНТ ТПУ, поддержанного проектом Минобрнауки России № 075-15-2021-710.

5. Список литературы

- [1] Печерская Е.А., Голубков П.Е., Карпанин О.В. и др., *Изв. вузов. Электроника*, **24**(4), 363, 2019; doi: 10.24151/1561-5405-2019-24-4-363-369
- [2] Арбузова С.С., Бутягин П.И., Большанин А.В. и др., *Изв. вузов. Физика*, **11**, 117, 2019; doi: 10.17223/00213411/62/11/117
- [3] Бутягин П.И., *Изв. СПбГТИ (ТУ)*, **57**(5), 29, 2021; doi: 10.36807/1998-9849-2020-57-83-29-33
- [4] Mustafa Safa Yilmaz, Gökhan Özer, Orhan Sahin, Ahmet Karaaslan., *Materials Performance*, **60**(1), 40, 2021; ISBN: 0090-3973
- [5] Марочник стали и сплавов [online]; http://www.splav-kharkov.com/mat_start.php?name_id=1438
- [6] Jian-tao Yao, Sheng Wang, Yong Zhou and Hui Dong., *Metals.*, **10**(11), 1452, 2020; doi: 10.3390/met10111452