

Башков О. В., Люй Лань, Бао Фэнюань, Чжао Цзыдун, Башкова Т. И.
O. V. Bashkov, Lyu Lan, Bao Fengyuan, Zhao Zidong, T. I. Bashkova

МОДЕЛИРОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ИНДУКТИВНОСТИ НА ПАРАМЕТРЫ ОКСИДНЫХ ПОКРЫТИЙ, ФОРМИРУЕМЫХ НА АЛЮМИНИЕВОМ СПЛАВЕ МЕТОДОМ МИКРОДУГОВОГО ОКСИДИРОВАНИЯ

MODELING THE INFLUENCE OF INDUCTION ON THE PARAMETERS OF OXIDE COATINGS FORMED ON AN ALUMINUM ALLOY BY THE MICRO-ARC OXIDATION METHOD

Башков Олег Викторович – доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой «Материаловедение и технология новых материалов» Комсомольского-на-Амуре государственного университета (Россия, Комсомольск-на-Амуре); 681013, Хабаровский край, г. Комсомольск-на-Амуре, пр. Ленина, 27. E-mail: bashkov_ov@mail.ru.

Oleg V. Bashkov – Doctor of Engineering, Professor, Head of Materials Science and Technology of New Materials Department, Komsomolsk-na-Amure State University (Russia, Komsomolsk-on-Amur); 681013, Khabarovsk Region, Komsomolsk-on-Amur, 27, Lenin Ave. E-mail: bashkov_ov@mail.ru.

Люй Лань – аспирант Комсомольского-на-Амуре государственного университета (Россия, Комсомольск-на-Амуре); 681013, Хабаровский край, г. Комсомольск-на-Амуре, пр. Ленина, 27. E-mail: lvlan1980@163.com.

Lyu Lan – Postgraduate Student, Komsomolsk-na-Amure State University (Russia, Komsomolsk-on-Amur); 681013, Khabarovsk Region, Komsomolsk-on-Amur, 27, Lenin Ave. E-mail: lvlan1980@163.com.

Бао Фэнюань – кандидат технических наук, доцент школы материаловедения и химической инженерии Харбинского университета науки и технологии (КНР, Харбин); 150080, КНР, провинция Хэйлунцзян, Харбин, Нанган, Сю Фу Лу, 52. E-mail: bao5413@qq.com.

Bao Fengyuan – PhD in Engineering, Associate Professor, Materials Science and Chemical Engineering School, Harbin University of Science and Technology (China, Harbin); China, Heilongjiang, Harbin, Nangang, Xue Fu Lu, 52. E-mail: bao5413@qq.com.

Чжао Цзыдун – аспирант Комсомольского-на-Амуре государственного университета (Россия, Комсомольск-на-Амуре); 681013, Хабаровский край, г. Комсомольск-на-Амуре, пр. Ленина, 27. E-mail: 379917387@qq.com.

Zhao Zidong – Postgraduate Student, Komsomolsk-na-Amure State University (Russia, Komsomolsk-on-Amur); 681013, Khabarovsk Region, Komsomolsk-on-Amur, 27, Lenin Ave. E-mail: 379917387@qq.com.

Башкова Татьяна Игоревна – кандидат технических наук, доцент кафедры «Материаловедение и технология новых материалов» Комсомольского-на-Амуре государственного университета (Россия, Комсомольск-на-Амуре); 681013, Хабаровский край, г. Комсомольск-на-Амуре, пр. Ленина, 27. E-mail: telem01@mail.ru.

Tatiana I. Bashkova – PhD in Engineering, Associate Professor, Materials Science and Technology of New Materials Department, Komsomolsk-na-Amure State University (Russia, Komsomolsk-on-Amur); 681013, Khabarovsk Region, Komsomolsk-on-Amur, 27, Lenin Ave. E-mail: telem01@mail.ru.

Аннотация. Работа посвящена исследованию характера формирования оксидных покрытий, формируемых на алюминиевом сплаве 7075 методом микродугового оксидирования (МДО), и анализу влияния индуктивности электрической цепи на параметры покрытий. Образцы из сплава 7075 подвергались МДО в течение периодов времени 60, 90 и 120 мин с установленной в электрическую цепь индуктивностью, варьируемой в диапазоне 0,5...53 мГн. В работе рассмотрено влияние формы и коэффициента заполнения импульсов электрического тока пробоя, формируемых управляемым генератором при МДО образцов. Исследования проведены в рамках полного факторного планирования эксперимента, выполнен анализ линейности модели полученных регрессионных уравнений. Установлена нелинейность влияния энергии импульсов электриче-

ского тока и индуктивности на толщину, шероховатость и микротвёрдость формируемых на алюминиевом сплаве оксидных покрытий.

Summary. The paper is devoted to the study of the nature of the formation of oxide coatings formed on aluminum alloy 7075 by the microarc oxidation (MAO) method, and the analysis of the effect of the electric circuit inductance on the coating parameters. Samples of alloy 7075 were subjected to MAO for periods of 60, 90 and 120 minutes with an inductance installed in the electric circuit, varying in the range of 0.5-53 mH. The paper considers the effect of the shape and duty cycle of the breakdown electric current pulses formed by a controlled generator during MAO of samples. The studies were carried out within the framework of full factorial design of the experiment; an analysis of the linearity of the model of the obtained regression equations was performed. The nonlinearity of the effect of the energy of electric current pulses and inductance on the thickness, roughness and microhardness of oxide coatings formed on the aluminum alloy was established.

Ключевые слова: микродуговое оксидирование, алюминиевый сплав 7075, индуктивность, полное факторное планирование, оксидный слой, импульс тока, толщина, шероховатость, микротвёрдость.

Key words: micro arc oxidation, aluminum alloy 7075, inductance, full factor planning, oxide layer, current pulse, thickness, roughness, microhardness.

Работа выполнена при поддержке гранта Российского научного фонда (проект 24-29-00838).

УДК 620.179.16

Введение. Наряду с анодированием, используемым в качестве электрохимического метода создания защитных оксидных покрытий, микродуговое оксидирование (МДО) в последние годы достаточно широко применяется для оксидирования алюминиевых, титановых, магниевых сплавов [1–3]. Широкое распространение этот метод нашёл не только в промышленности [4], но и в медицине [5]. Метод основан на формировании электрического и теплового пробоя оксидной плёнки при импульсной анодной или анодно-катодной поляризации в растворах солей или щелочей и их комбинаций. Электрохимическое воздействие осуществляется в слабokonцентрированных электролитах, в отличие от традиционного низковольтного анодирования. С увеличением толщины оксидного слоя напряжение пробоя растёт, что приводит к формированию на поверхности плёнки множества микродуговых разрядов. Эти разряды создают каналы различного диаметра, по которым электролит проникает к поверхности металла. Созданная в цепи электрическая проводимость приводит к образованию пористой структуры, обеспечивая постепенное наращивание оксидного слоя при последовательном действии импульсов. Оксидирование алюминиевых сплавов выполняется в основном с целью повышения твёрдости и износостойкости поверхности. Выбор оптимальных параметров процесса (состав электролита и электрические параметры) основывается на данных об электрохимическом поведении и окислении обрабатываемых сплавов [6–9]. Исследования, проведённые с использованием электролитов на основе гидроксида калия и силиката натрия, позволили установить взаимосвязь между параметрами процесса микродугового оксидирования, выполняемого на деформируемых алюминиевых сплавах, и характеристиками получаемых покрытий [10; 11]. В одном из исследований [12] добавление в силикатно-щелочной электролит гексаметафосфата натрия позволило стабилизировать процесс оксидирования при обработке Al-Cu-Mg сплавов. Влияние реактивного сопротивления, вносимого в цепь посредством индуктивности, на морфологию и качество оксидных покрытий, образуемых на титановом сплаве в потенциодинамическом режиме, описано в работе [13]. В работе [14] представлены результаты исследования параметров импульсов для анодно-катодного МДО, направленного на получение высокопрочных оксидных слоёв на алюминиевом сплаве AL-53.

Данная работа посвящена изучению влияния индуктивности в электрохимической цепи на структуру и параметры оксидных покрытий, формируемых на алюминиевом сплаве 7075 методом микродугового оксидирования.

Материалы и методы. В исследовании применяли электролит, представляющий собой водный раствор силиката натрия 6 г/л с добавлением небольшого количества гидроксида калия и гексаметафосфата натрия для повышения стабильности процесса. Выбор данного состава электролита обусловлен результатами предыдущих работ, показавшими корреляцию между режимами МДО и свойствами образующихся оксидных плёнок на алюминиевых сплавах. На основе ранее проведённых исследований был разработан способ получения покрытий с заданными параметрами [15]. Разработанный метод основан на управлении периодом обработки и амплитудой импульсного напряжения для получения покрытий заданной толщины и шероховатости. В предложенном способе оксидирования [16] используется регистрация акустической эмиссии (АЭ) на протяжении всего процесса МДО для получения большей информации о происходящих при МДО процессах и более точного определения толщины и шероховатости формируемых на алюминиевых сплавах покрытий.

МДО выполняли на экспериментальной установке МДО-50 (производства ДВФУ совместно с Институтом химии ДВО РАН), представляющей собой генератор с частотой следования импульсов 300 Гц напряжением до 600 В с максимальным током 50 А. Импульсы формируются тиристорным управляемым генератором с аналого-цифровым управлением. Установка позволяет выполнять дискретное изменение индуктивности, включаемой последовательно с образцом с помощью механического переключателя. Введение индуктивности обеспечивало переход от режима постоянного напряжения к импульсному гальванодинамическому режиму. Известно, что величина коэффициента заполнения импульса влияет на длительность существования микродуги и характеристики покрытия [6; 7]. Оксидирование проводили на прямоугольных образцах (20x30x2 мм) из алюминиевого сплава 7075.

На основе предположения о линейной зависимости толщины и шероховатости покрытия от периода обработки при постоянной плотности тока [10] было выполнено факторное планирование эксперимента с двумя входными параметрами: индуктивность $L(x_1)$, период оксидирования $t(x_2)$. Матрица полного факторного эксперимента приведена в табл. 1.

Таблица 1

Матрица планирования полного факторного эксперимента для двух факторов

№ опыта	$L(x_1)$	$t(x_2)$	Толщина, мкм (y_1)	Шероховатость R_a , мкм (y_2)	Микротвёрдость HV0,01 (y_3)
1	-	-	y_{11}	y_{21}	y_{31}
2	-	+	y_{12}	y_{22}	y_{32}
3	+	-	y_{13}	y_{23}	y_{33}
4	+	+	y_{14}	y_{24}	y_{34}

Границы изменения значений для факторов эксперимента были определены предварительными исследованиями: $L = 0,52...53,1$ мГн, $t = 60...120$ мин. Искомые параметрами эксперимента являлись толщина покрытия, шероховатость (R_a) и микротвёрдость (HV0,01) поверхностного слоя.

Для поддержания постоянной температуры (27...30 °С) электролит циркулировал через охлаждаемый змеевик. Образцы перед обработкой подвергались механической шлифовке и полировке до шероховатости $R_a \leq 0,05$ для исключения влияния начальной шероховатости.

Шероховатость поверхности измерялась портативным профилометром TR-200, толщина и морфология покрытия оценивались с помощью электронного микроскопа Hitachi S3400N, микротвёрдость определялась на полированном поперечном срезе с использованием микротвёрдомера НМВ-2.

Результаты и их обсуждение. Согласно матрице планирования был проведён эксперимент по оксидированию 4 образцов, результаты которого приведены в табл. 2.

Таблица 2

Исходные факторы и результаты двухфакторного эксперимента

№ опыта	Факторы эксперимента		Экспериментальные результаты		
	Индуктивность L (x_1), мГн	Период оксидирования t (x_2), мин	Толщина b , мкм (y_1)	Шероховатость R_a , мкм (y_2)	Микротвёрдость $HV_{0,01}$ (y_3)
1	0,52	60	20	1,453	735
2	0,52	120	11	0,661	651
3	53,1	60	18	1,599	1187
4	53,1	120	13	0,715	685

На основе полученных данных были построены регрессионные модели, описывающие зависимость трёх характеристик оксидного слоя: толщины (δ), шероховатости (R_a) и микротвёрдости ($HV_{0,01}$) – от индуктивности и периода оксидирования:

$$b = 12,284 - 0,0666 \cdot L + 0,1417 \cdot t; \quad (1)$$

$$R_a = 0,8122 - 8,5 \cdot 10^{-4} \cdot L + 0,0123 \cdot t; \quad (2)$$

$$HV_{0,01} = 132,3 + 5,639 \cdot L + 11,29 \cdot t. \quad (3)$$

Графическое представление экспериментальных и расчётных значений приведено на рис. 1. Коэффициент детерминации (R^2) для всех трёх моделей превышает 0,8, а p -значение для F -критерия меньше 0,05, что свидетельствует о статистической значимости полученных регрессионных уравнений.

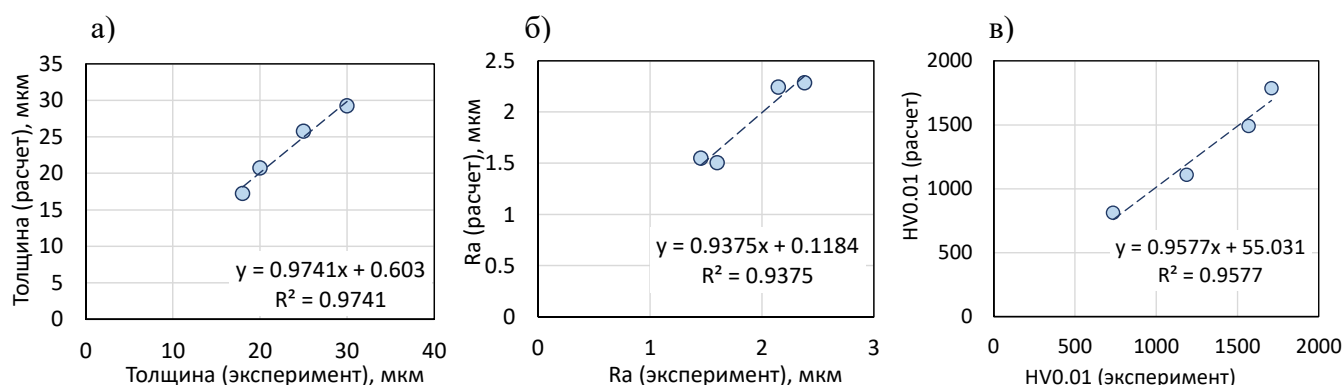


Рис. 1. Зависимости между экспериментальными и расчётными значениями параметров МДО покрытий сплава 7075:

а – толщины δ ; б – шероховатости R_a ; в – микротвёрдости $HV_{0,01}$

Анализ микроструктуры показал, что при минимальной индуктивности ($L = 0,52$ мГн) формируются покрытия с более крупными порами при сопоставимой толщине (для одинакового периода обработки). Микротвёрдость покрытий, полученных при $L = 0,52$ мГн, ниже, чем при максимальной индуктивности ($L = 53,1$ мГн). Для более глубокого изучения влияния индуктивности был проведён расширенный эксперимент при плотности тока $15,66$ А/дм² с дополнительными значениями индуктивности (4,8, 17,6 и 28,8 мГн) и временем обработки 60, 90 и 120 мин. Это позволило

проанализировать влияние формы импульса тока на характеристики покрытий. Результаты расширенного эксперимента, включая данные регрессионного анализа (уравнения (1)–(3)), представлены на рис. 2 в виде зависимостей толщины, шероховатости и микротвёрдости, полученных в эксперименте, от расчётных значений, полученных при решении регрессионных уравнений.

Отклонение экспериментальных данных от линейной модели наблюдается при значениях индуктивности 17,6 и 28 мГн (см. рис. 2). Исследование микроструктуры покрытий, сформированных за 120 мин при различных значениях индуктивности, показало неоднородность толщины (25...38 мкм). Однако при $L = 17,6$ мГн часто встречаются участки с высокой плотностью (см. рис. 3, в) и микротвёрдостью свыше 2000 HV0,01.

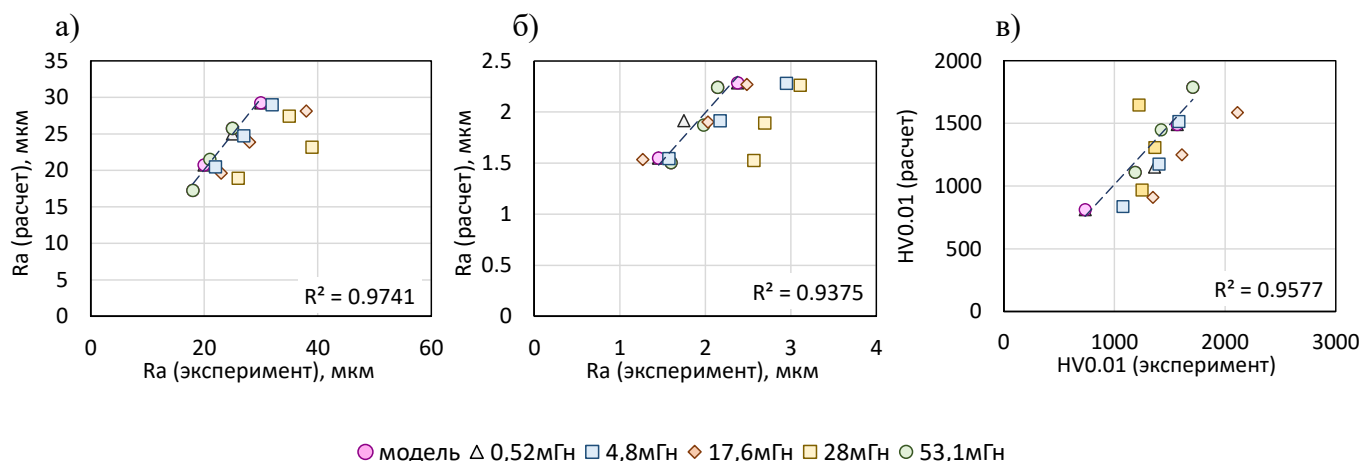


Рис. 2. Зависимости между экспериментальными и расчётными значениями при МДО сплава 7075 в расширенном эксперименте:
а – толщины δ ; б – шероховатости Ra ; в – микротвёрдости HV0,01

Покрытия, полученные при $L = 4,8$ мГн, характеризуются скоплением мелких пор и трещин (см. рис. 3, б), а при $L = 28$ мГн – наличием тонких сквозных каналов и сеткой пор в приграничной с подложкой зоне (см. рис. 3, г). Эти данные подтверждают нелинейный характер влияния индуктивности на процесс МДО. Увеличение индуктивности от 0,52 до 28 мГн приводило к монотонному росту толщины покрытия (см. рис. 2, а). Максимальная микротвёрдость достигалась при $L = 17,6$ мГн для всех исследованных времён обработки (см. рис. 2, в). При максимальной индуктивности ($L = 53,1$ мГн) наблюдалось снижение толщины покрытия без существенного изменения шероховатости и микротвёрдости.

Нелинейная зависимость свойств покрытий от индуктивности объясняется изменением энергетических параметров импульсов. Рост оксидного слоя происходит в результате теплового пробоя, следующего за электрическим пробоем с частичным плавлением и окислением прилегающего металла. Для пробоя растущего оксидного слоя требуется всё большее напряжение. Постоянство средней плотности тока ($i = 15,66$ А/дм²) поддерживается изменением коэффициента заполнения импульса. Введение индуктивности приводит к увеличению коэффициента заполнения, сглаживанию импульса тока и снижению его амплитуды. Система управления установкой МДО поддерживает постоянное среднее значение тока, однако энергетические характеристики импульса определяются коэффициентом заполнения и действующим значением плотности тока, снижающимся с повышением значения индуктивности, в отличие от среднего значения тока. Взаимоборазная зависимость между коэффициентом заполнения импульса и действующим значением тока может оказаться одной из причин нелинейности зависимости энергии пробоя от индуктивности цепи.

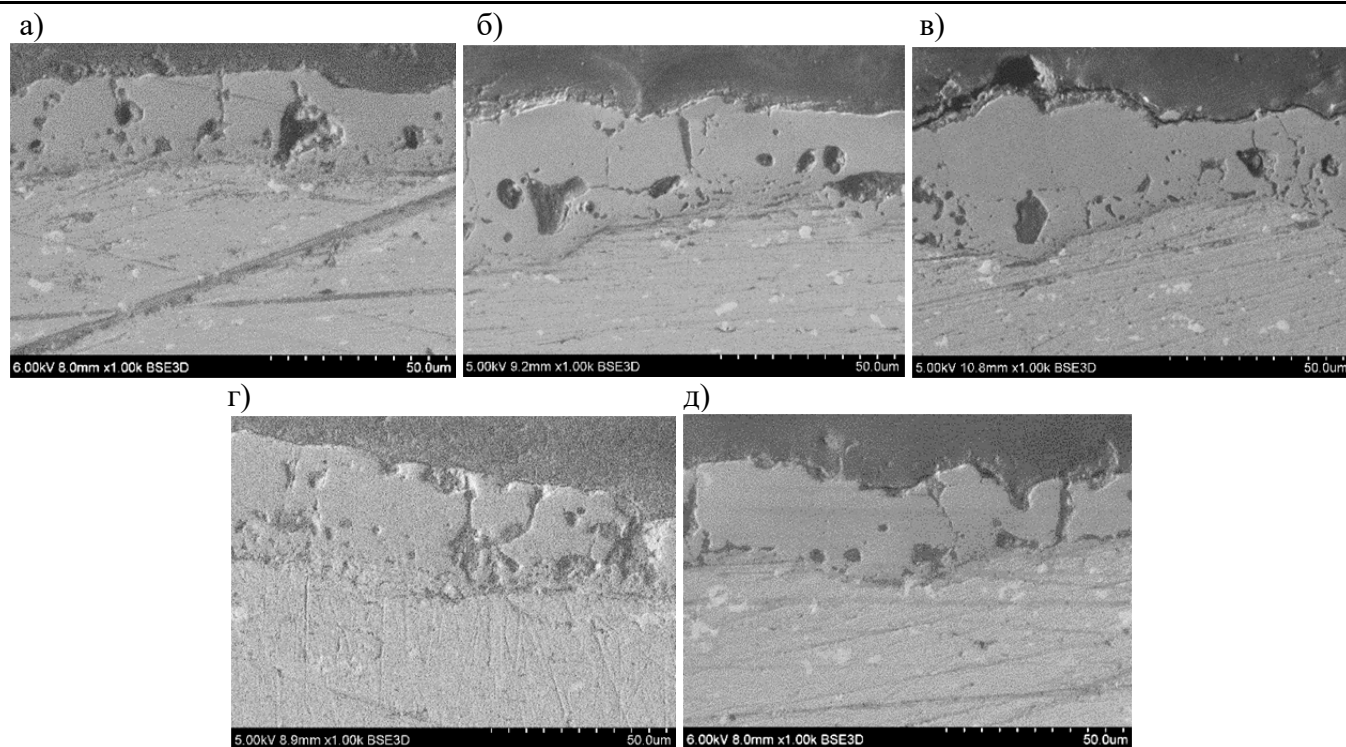


Рис. 3. Структуры оксидных покрытий, сформированных в течение 120 мин при индуктивности L : а – 0,5 мГн; б – 4,8 мГн; в – 17,6 мГн; г – 28 мГн; д – 53,1 мГн

Выводы. В результате проведённого экспериментального исследования микродугового оксидирования алюминиевого сплава 7075 в электролите на основе гидроксида калия, силиката натрия и гексаметафосфата натрия с варьированием индуктивности в цепи и периода обработки были получены следующие результаты.

Экспериментально подтверждена нелинейная зависимость между индуктивностью в цепи и ключевыми характеристиками оксидных покрытий (толщина, шероховатость, микротвёрдость) для широкого диапазона периодов оксидирования от 60 до 120 мин. В частности, повышение индуктивности до 28 мГн при обработке продолжительностью 60 и 90 мин приводит к увеличению толщины покрытия. Дальнейшее увеличение индуктивности вызывает снижение толщины. Максимальное значение микротвёрдости наблюдается при индуктивности 17,6 мГн для всех временных интервалов оксидирования. Значение шероховатости снижается при индуктивности 17,6 и 53,1 мГн.

Нелинейное изменение свойств оксидных покрытий, по всей видимости, обусловлено нелинейным влиянием индуктивности на параметры импульсов тока (форма, амплитуда, энергия) и определяет превалирующие факторы процесса МДО – рост или растворение оксидного слоя.

ЛИТЕРАТУРА

1. Гордиенко, П. С. Микродуговое оксидирование металлов и сплавов / П. С. Гордиенко, В. А. Достовалов, А. В. Ефименко. – Владивосток: Издательский дом Дальневосточного федерального университета, 2013. – 521 с.
2. Плазменно-электролитическое модифицирование поверхности металлов и сплавов. В 2 т. / И. Суминов [и др.]; под общ. ред. И. Суминова; «МАТИ» – Российский гос. технологический ун-т им. К. Э. Циолковского. – М.: Техносфера, 2011. – Т. 1-2.
3. Plasma electrolysis for surface engineering / A. L. Yerokhin, X. Nie, A. Leyland [et al.] // Surface and Coatings Technology. – 1999. – Vol. 122, No. 2-3. – P. 73-93.
4. Krishtal, M. M. Oxide layer formation by micro-arc oxidation on structurally modified Al-Si alloys and applications for large-sized articles manufacturing / M. M. Krishtal // Advanced Materials Research. – 2009. – Vol. 59. – P. 204-208.

5. Влияние параметров процесса микродугового оксидирования на формирование и свойства биопокровов на основе волластонита и фосфатов кальция / М. Б. Седельникова, Ю. П. Шаркеев, Е. Г. Комарова, Т. В. Толкачева // Физика и химия обработки материалов. – 2016. – № 6. – С. 57-63.
6. Влияние скважности на катодные релаксационные процессы и электрохимические свойства формируемых покрытий на титане / П. С. Гордиенко, О. С. Василенко, У. В. Харченко [и др.] // Перспективные материалы. – 2013. – № 11. – С. 59-64.
7. Рыбалко, А. В. Некоторые особенности процесса микродугового оксидирования при высоких плотностях тока / А. В. Рыбалко, О. О. Сахин, А. А. Месяц // Металлообработка. – 2010. – № 2 (56). – С. 30-38.
8. Сариллов, М. Ю. К вопросу исследования пробоя при электроэрозионной обработке алюминиевых и титановых сплавов / М. Ю. Сариллов, Д. А. Палкин, М. В. Минаков // Учёные записки Комсомольского-на-Амуре государственного технического университета. Науки о природе и технике. – 2020. – № I-1 (41). – С. 83-92.
9. Сариллов, М. Ю. Исследование процессов в межэлектродном промежутке при электроэрозионной обработке алюминиевых и титановых сплавов / М. Ю. Сариллов, У. Е. Решетник // Учёные записки Комсомольского-на-Амуре государственного технического университета. Науки о природе и технике. – 2019. – № III-1 (39). – С. 101-108.
10. Исследование влияния режимов микродугового оксидирования на морфологию и параметры оксидного покрытия, наносимого на алюминиевый сплав Д16АТ / Ф. Бао, О. В. Башков, Д. Чжан [и др.] // Frontier Materials & Technologies. – 2023. – № 1. – С. 7-21.
11. Бао, Ф. Усталостное разрушение алюминиевого сплава 1163 с различной морфологией оксидного покрытия / Ф. Бао, Л. Люй, О. В. Башков // Упрочняющие технологии и покрытия. – 2024. – Т. 20. – № 1 (229). – С. 3-7.
12. Malyshev, V. N. Features of microarc oxidation coatings formation technology in slurry electrolytes / V. N. Malyshev, K. M. Zorin // Applied Surface Science. – 2007. – Vol. 254, No. 5. – P. 1511-1516.
13. Микродуговое оксидирование при импульсной поляризации в гальванодинамическом режиме / П. С. Гордиенко, В. А. Достовалов, И. Г. Жевтун [и др.] // Электронная обработка материалов. – 2013. – Т. 49. – № 4. – С. 35-42.
14. Рыбалко, А. В. Некоторые особенности процесса микродугового оксидирования при высоких плотностях тока / А. В. Рыбалко, О. О. Сахин, А. А. Месяц // Металлообработка. – 2010. – № 2 (56). – С. 30-38.
15. Патент № 2794643 С1 Российская Федерация, МПК C25D 11/00, G01R 27/14. Способ мониторинга и управления процессом микродугового оксидирования: № 2022124254: заявлено 12.09.2022: опубликовано 24.04.2023 / Башков О. В., Бао Фэнюань, Башкова Т. И.; заявитель Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Комсомольский-на-Амуре государственный университет». – 11 с.
16. Патент № 2807242 С1 Российская Федерация, МПК C25D 11/00. Способ мониторинга и управления процессом микродугового оксидирования с использованием метода акустической эмиссии: заявлено 21.02.2023: опубликовано 13.11.2023 / О. В. Башков, Бао Фэнюань, Т. И. Башкова [и др.]; заявитель Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Комсомольский-на-Амуре государственный университет». – 10 с.