

Н. Ю. Дударева

**ВЛИЯНИЕ РЕЖИМОВ МИКРОДУГОВОГО ОКСИДИРОВАНИЯ НА СВОЙСТВА
ФОРМИРУЕМОЙ ПОВЕРХНОСТИ**

Исследовано влияние концентрации силикатно-щелочного электролита и электрических режимов процесса микродугового оксидирования (МДО) на свойства поверхности, формируемой на алюминиевых сплавах. Получены уравнения регрессии, связывающие значения концентрации электролита и электрических режимов с толщиной и микротвердостью МДО-слоя. *Микродуговое оксидирование, упрочнение, поверхность, микротвердость, толщина, алюминиевые сплавы*

ВВЕДЕНИЕ

Основные тенденции современного машиностроения в целом и двигателестроения в частности, направлены на расширение использования алюминиевых сплавов, которые обладают целым комплексом неоспоримых достоинств: низкой плотностью, высокой теплопроводностью, достаточной прочностью. Однако у алюминиевых сплавов имеется один существенный недостаток – низкая износо- и задиростойкость. Решить эту проблему может использование метода поверхностного упрочнения деталей – микродугового оксидирования (МДО).

Микродуговое оксидирование – один из наиболее перспективных видов поверхностной обработки изделий из металлов и сплавов, получивший в последнее время широкое распространение в различных отраслях промышленности. Обычно МДО используется для формирования многофункциональных износо- и коррозионностойких, диэлектрических, теплостойких и декоративных покрытий на деталях из алюминия и его сплавов.

Метод МДО позволяет получать модифицированные поверхностные слои с высокой микротвердостью – 5...24 ГПа и значительной толщиной – до 400 мкм на Al, Mg, Ti, Ta, Nb, Zr, Be и их сплавах [1–3]. По износоустойчивости МДО-слои не уступают композиционным материалам на основе карбида вольфрама и в 6–14 раз превосходят сталь 45 (HRC 42). Еще одной отличительной особенностью поверхностных слоев,

формируемых методом МДО, является высокая прочность сцепления покрытия с подложкой. При этом в отличие от всех других покрытий, при увеличении толщины МДО-слоя, прочность его сцепления с подложкой возрастает [4].

Технология МДО реализуется с использованием экологически безопасного электролита на специальной установке. Физическая сущность процесса заключается в том, что под действием дуговых и искровых разрядов, возникающих на поверхности заготовки, происходит расплавление материала подложки и его взаимодействие с молекулами и атомами газовой среды и электролита, в результате чего происходит формирование наноструктурного покрытия или модифицированного поверхностного слоя, состоящего из корунда ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) [1, 5]. Именно в силу особенностей своего химического состава и структуры, МДО-слои характеризуются высокими механическими свойствами, теплостойкостью, износо- и коррозионной стойкостью [1, 2].

Благодаря вышеперечисленным свойствам МДО широко используется для повышения износоустойчивости поверхности деталей различных узлов, агрегатов машин и механизмов из алюминиевых сплавов.

Известны примеры использования МДО на таких деталях ДВС, как цилиндр, поршень и седла клапанов. Несмотря на то, что вышеперечисленные детали ДВС работают в сложных условиях, при высоких нагрузках, температуре, трении, наличии коррозионной среды, МДО-слои показали не только свою высокую работоспособность, но и способствовали значительному повышению надежности двигателей. Имеется положительный опыт использования МДО-покрытия в двигателе внутреннего сгорания устройства механизации бега (УМБ). В этом случае традиционная чугунная гильза не используется, вместо этого поверхность цилиндра из алюминиевого сплава Д16Т

Контактная информация: 8 (347) 272-84-05

Исследование выполнено при поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации, соглашение 14.B37.21.1659 «Конструкционные наноструктурные покрытия для повышения надежности деталей в объектах машиностроения».

упрочняют методом МДО. В результате образуется слой, обладающий высокой микротвердостью и износостойкостью. За счет применения цилиндра из алюминиевого сплава удалось снизить массу УМБ, а благодаря МДО-слою обеспечивается высокая износостойкость зеркала цилиндра. С положительной стороны зарекомендовало себя МДО-покрытие и при использовании на деталях компрессор-форсунки ДВС.

Несмотря на существующие успехи в области внедрения МДО, имеется и ряд проблем. В настоящее время технология микродугового оксидирования находится на стадии становления. Многие аспекты механизма микродугового оксидирования остаются до сих пор не раскрытыми, нет систематических сведений о влиянии внутренних и внешних факторов на этот процесс, не выработана даже единая терминология относительно названия метода и достигаемого результата, нет согласия и относительно характера электрического разряда, обеспечивающего формирование упрочненного слоя в процессе МДО. Сегодня продолжаются работы как по изучению теоретических вопросов этого процесса, так и по совершенствованию технологических методов и средств для повышения их эффективности, расширению номенклатуры обрабатываемых сплавов, подбору новых электролитов и оптимальных режимов, а также созданию новых технологических источников питания позволяющих их реализовывать [6].

1. ПОСТАНОВКА ЗАДАЧИ

При формировании МДО-слоя возникают проблемы, которые связаны в основном с тем, что на его качество оказывает влияние большое количество различных факторов: состав, концентрация и температура электролита, продолжительность обработки, химический состав и структура материала заготовки, а также электрические режимы процесса МДО [7, 8]. Кроме того, существует множество различных способов осуществления процесса МДО, которые отличаются друг от друга составом электролита и/или электрическими схемами источника питания [1, 6].

В настоящее время известно множество различных рецептов электролитов для МДО, но в общем случае их состав зависит от материала заготовки и свойств формируемого упрочненного слоя. Обычно электролит представляет собой раствор солей, кислот и щелочей, которые спо-

собны взаимодействовать с вентильными металлами. Наиболее простым электролитом является силикатный, он готовится на основе жидкого стекла Na_2SiO_3 . Для получения качественного МДО-слоя в электролит добавляется небольшое количество KOH или $NaOH$ [9]. Также электролит может содержать соли органических кислот, типа Na_3AlF_6 , $C_4H_5O_6K$, NaF и др. [6]. Эти добавки позволяют управлять свойствами формируемого МДО-слоя: изменять микротвердость, либо повышать жаростойкость, либо улучшать качество и внешний вид.

Также отличаются друг от друга и схемы источников технологического тока, которые представляют собой самую важную часть технологического оборудования. Ситуация такова, что стандартного источника для широкого применения еще не существует. Условно все источники технологического тока разделяют на два типа: работающие на положительном постоянном напряжении и на переменном токе. Последние, в свою очередь, разделяют на «конденсаторные» и «трансформаторные» [6].

Наибольшее распространение из вышеперечисленных электрических схем установок МДО и составов электролитов, получила установка с конденсаторной схемой и силикатно-щелочной электролит. Это связано с тем, что установка МДО с конденсаторной схемой позволяет наиболее простым и распространенным способом реализовать процесс МДО, а силикатно-щелочной электролит, состоящий из дистиллированной воды, жидкого стекла (Na_2SiO_3) и гидроксида калия (KOH), является наиболее экологически безопасным и дешевым. К тому же этот тип установки и состав электролита обеспечивают получение МДО-слоев удовлетворительного качества.

Хотя процесс МДО на настоящее время находится на стадии разработки, но уже имеется определенное количество информации о влиянии состава электролита и электрических режимов на качество формируемого МДО-слоя [7, 8]. Однако вся эта информация носит в основном рекомендательный характер и на настоящее время отсутствуют эмпирические зависимости, позволяющие подбирать технологические режимы процесса МДО для получения упрочненных поверхностных слоев с требуемыми свойствами.

Поэтому была сформулирована цель работы: получить эмпирические зависимости влияния различных факторов процесса МДО на качество МДО-слоя, которые были бы справедливы для

конденсаторной схемы установки МДО при использовании силикатно-щелочного электролита.

2. МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЙ

В результате анализа физических основ процесса МДО было выявлено, что на качество формируемого слоя влияют следующие основные факторы процесса:

- состав электролита и концентрация его компонентов;
- электрический режим процесса;
- температура электролита;
- длительность обработки [2, 10].

Также был проведен анализ факторов процесса с точки зрения влияния на качество МДО-слоя, с целью уменьшения их количества при проведении исследований. В качестве основных факторов, влияющих на качество МДО-слоя, были выбраны:

- концентрация в электролите щелочи KOH , г/л;
- концентрация в электролите жидкого стекла Na_2SiO_3 , г/л;
- электрические режимы, которые определяются емкостью конденсаторной батареи установки.

Обычно в качестве показателя, характеризующего электрический режим процесса МДО, используется плотность тока. Однако значение плотности тока при МДО не является независимым фактором. На плотность тока при МДО влияет концентрация компонентов электролита и емкость конденсаторов установки [1, 2, 6]. Поэтому в качестве определяющего фактора процесса МДО, характеризующего электрический режим, была принята емкость конденсаторной батареи источника питания установки МДО. При этом площадь образцов являлась постоянной. Такой подход, безусловно, ограничит использование полученных эмпирических уравнений для образцов другой площади, но одновременно позволит выявить степень влияния всех остальных факторов процесса на качество формируемого слоя. Температуру электролита не использовали в качестве отдельного фактора процесса, так как согласно существующим рекомендациям [7] для получения наилучшего качества МДО-слоя температура электролита не должна превышать 45 °С, что обеспечивалось системой охлаждения лабораторной установки МДО.

Таким образом, в качестве факторов процесса МДО использовались:

• x_1 – емкость C конденсаторов установки, мкФ;

• x_2 – концентрация n_1 жидкого стекла, Na_2SiO_3 , г/л;

• x_3 – концентрация n_2 щелочи, KOH , г/л.

В качестве параметров выхода были выбраны:

• y_1 – толщина упрочненного слоя без учета муллита h , мкм;

• y_2 – микротвердость слоя H_u , ГПа.

Микротвердость и толщина МДО-слоя были выбраны в качестве основных параметров выхода, так как от них непосредственно зависит надежность деталей: микротвердость напрямую влияет на износостойкость поверхности, а толщина упрочненного слоя определяет ресурс деталей.

В итоге был спланирован полный факторный эксперимент типа 2^k для трех факторов (табл. 1). Крайние значения концентраций компонентов электролита выбирались исходя из существующих рекомендаций [2, 6]. Длительность проведения процесса составляла 2 ч – этого времени достаточно для получения качественного МДО-слоя.

Таблица 1

Уровни факторов и интервалы варьирования

Факторы	-	+	интервал
x_1 – емкость C , мкФ	100	400	300
x_2 – концентрация Na_2SiO_3 , n_1 , г/л	2	6	4
x_3 – концентрация KOH , n_2 , г/л	1	2	1

В табл. 2 приведена матрица планирования эксперимента, который требовалось провести для получения эмпирических уравнений.

Таблица 2

Матрица планирования эксперимента

№ опыта	x_1		x_2		x_3	
	код	мкФ	код	г/л	код	г/л
1	-	100	-	2	-	1
2	+	400	-	2	-	1
3	-	100	+	6	-	1
4	+	400	+	6	-	1
5	-	100	-	2	+	2
6	+	400	-	2	+	2
7	-	100	+	6	+	2
8	+	400	+	6	+	2

Образцы изготавливались из прутка алюминиевого сплава Д16Т диаметром 32 мм и толщиной 3 мм, их поверхность была предварительно отшлифована. Площадь обработки образцов составляла $\approx 1660 \text{ мм}^2$. Объем электролита составлял 50 литров дистиллированной воды, в который, исходя из плана эксперимента, добавлялось необходимое количество Na_2SiO_3 и KOH .

Схема экспериментальной установки приведена на рис. 1. Образец 1 прикреплялся к алюминиевому проводу и погружался в электролит 2 так, чтобы место токоподвода не соприкасалось с электролитом. Также в электролит погружался катод 3 из нержавеющей стали 18ХН, при этом анодом являлся сам обрабатываемый образец. Катод и анод размещали на расстоянии 15...20 см параллельно друг другу (рис. 1). Образец и электрод в течение всего процесса МДО находились в неподвижном состоянии. Электрический режим установки (емкость конденсаторной батареи источника питания установки) выбирался в соответствии с планом эксперимента. После окончания обработки образец отсоединяли от системы токоподвода и промывали водопроводной водой.

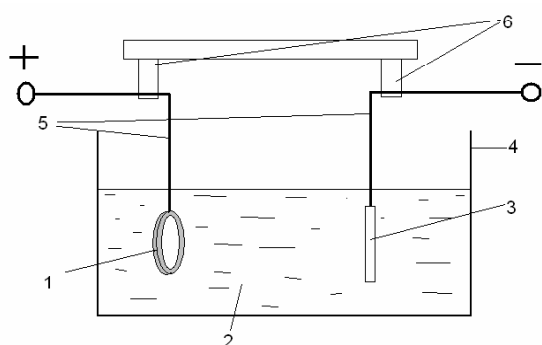


Рис. 1. Схема электролитической ванны:
1 – упрочняемый образец (анод); 2 – электролит;
3 – катод из нержавеющей стали;
4 – электролитическая ванна; 5 – токоподвод;
6 – крепление для электродов

Особенность МДО-слоев, формируемых в силикатных электролитах, состоит в том, что упрочненный слой имеет структурную неоднородность. Если основная часть МДО-слоя состоит из плотного и высокотвердого оксида алюминия, то непосредственно на поверхности упрочненного слоя образуется слой муллита ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$), который характеризуется пористой и рыхлой структурой [6]. Муллит обычно удаляется при последующей механической обработке.

Микротвердость и толщина МДО-слоя в эксперименте определялись как средние арифметические значения на основе измерений по трем

точкам. Толщина МДО-слоя с муллитом не использовалась в качестве основного параметра выхода, хотя и определялась в процессе эксперимента. Измерения проводились при помощи следующего оборудования: толщина МДО-слоя определялась без разрушения образцов портативным толщиномером покрытий *TT210*; микротвердость измерялась на микротвердомере *HVS-1000* с нагрузкой 200 г.

3. РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТОВ

В результате проведенных экспериментов были получены образцы с МДО-слоем (рис. 2). Муллит механически удаляли только с одной стороны образца, для того, чтобы иметь возможность измерить параметры МДО-слоя с муллитом (рис. 2, а) и без него (рис. 2, б). Результаты эксперимента представлены в табл. 3.

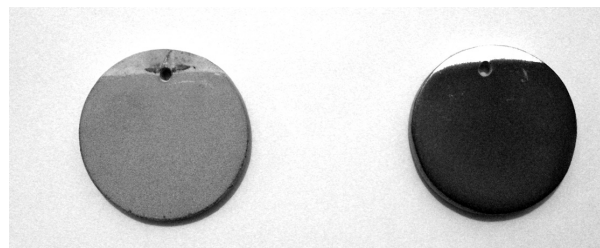


Рис. 2. Образцы, покрытые методом МДО:
а – образец с муллитом;
б – образец без слоя муллита

Таблица 3

Результаты эксперимента

№ опыта	Толщина покрытия, y_l		Микротвердость, $H_\mu^{y_{2cp}}$, ГПа
	y_{1cp}, h_1 , мкм	y_{1cp} (без муллита), H_2 , мкм	
1	42,4	13,7	6,718
2	31,0	3,6	11,839
3	27,6	4,1	11,968
4	115,0	44,9	11,667
5	91,8	45,5	14,187
6	218,0	123,7	9,938
7	155,0	49,0	7,812
8	147,3	63,8	8,972

Для того чтобы результаты эксперимента объединить в эмпирическую зависимость, было составлено уравнение регрессии с эффектом взаимодействия по типу [9]:

$$y = b_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3 + b_{12}x_1x_2 + b_{13}x_1x_3 + b_{23}x_2x_3 + b_{123}x_1x_2x_3$$

В табл. 4 приведены кодированные значения факторов и их произведения необходимые для получения эмпирических уравнений.

Таблица 4

№	X ₀	X ₁	X ₂	X ₃	X ₁ X ₂	X ₂ X ₃	X ₁ X ₃	X ₁ X ₂ X ₃
1	+	-	-	-	+	+	+	-
2	+	+	-	-	-	+	-	+
3	+	-	+	-	-	-	+	+
4	+	+	+	-	+	-	-	-
5	+	-	-	+	+	-	-	+
6	+	+	-	+	-	-	+	-

В результате были получены следующие уравнения регрессии:

$$y_1 = 53,6 - 0,1x_1x_2x_3 + 0,14x_1x_2 + 12,8x_2x_3 + 0,49x_1x_3 - 0,6x_1 - 19,44x_2 - 23,24x_3.$$

$$y_2 = -16,73 + 0,01x_1x_2x_3 - 0,01x_1x_2 - 3,81x_2x_3 - 0,05x_1x_3 + 0,07x_1 + 5,57x_2 + 18,21x_3.$$

Для сравнения значений, вычисленных по эмпирическим формулам и полученных посредством измерений, была вычислена разность между ними в соответствии с рекомендациями [11]. Результаты приведены в табл. 5. Также была проведена проверка адекватности полученных уравнений.

Таблица 5

№	x ₁	x ₂	x ₃	y ₁	y ₂	Y ₁	Y ₂	Δy ₁ = y ₁ - Y ₁	Δy ₂ = y ₂ - Y ₂
1	100	2	1	13,7	6,718	13,7	6,722	0,0	0,004
2	400	2	1	3,6	11,839	3,6	11,852	0,0	0,013
3	100	6	1	4,1	11,968	4,1	11,978	0,0	0,010
4	400	6	1	44,9	11,667	44,9	11,708	0,0	0,041
5	100	2	2	45,5	14,187	45,5	14,185	0,0	-0,002
6	400	2	2	123,7	9,938	123,8	9,925	0,1	-0,013
7	100	6	2	49,0	7,812	49,0	7,806	0,0	-0,006
8	400	6	2	63,8	8,972	63,7	8,946	-0,1	-0,026

Для проверки адекватности полученной модели использовался критерий Фишера, который определялся по формуле [11]:

$$F = \frac{S_{ad}^2}{S_{\{y\}}^2}, \tag{2}$$

где S_{ad}² – дисперсия адекватности, S_{y}² – дисперсия воспроизводимости.

Значение F – критерия Фишера при 5 % уровне значимости определялось по таблице [11], которое затем сравнивалось с критерием Фишера,

вычисленным по формуле (2). Для уравнения толщины МДО-слоя, получили:

$$F_1 = \frac{0,05}{7,3313} = 0,0068 \leq 6,9.$$

Для уравнения микротвердости:

$$F_2 = \frac{0,000726}{9,1182} = 0,00007962 \leq 6,9.$$

В связи с тем, что вычисленные значения критерия Фишера в обоих случаях не превышают табличного значения F = 6,9, то полученные модели считаются адекватными.

В результате проведения работы были получены эмпирические уравнения, показывающие зависимость микротвердости и толщины МДО-слоя от концентрации электролита и электрических режимов процесса:

Для проверки адекватности полученной модели использовался критерий Фишера, который определялся по формуле [11]:

$$h = 53,6 - 0,1 \cdot C \cdot n_1n_2 + 0,14 \cdot C \cdot n_1 + 12,8 \cdot n_1n_2 + 0,49 \cdot C \cdot n_2 - 0,60 \cdot C - 19,44n_1 - 23,24n_2$$

$$H_{\mu} = -16,73 + 0,01C \cdot n_1n_2 - 0,01Cn_1 - 3,81n_1n_2 - 0,05Cn_2 + 0,07C + 5,57n_1 + 18,21n_2$$

При помощи полученных уравнений, является возможность вычислять значения толщины и микротвердости МДО-слоя исходя из заданных концентраций электролита и электрических режимов процесса (емкости конденсаторов источника питания).

ВЫВОДЫ И РЕЗУЛЬТАТЫ

1. В результате проведения работы были получены уравнения регрессии, показывающие влияние концентрации электролита и электрических режимов процесса на микротвердость и толщину МДО-слоя.

2. При анализе полученных уравнений и результатов эксперимента было установлено, что наибольшей микротвердостью обладает МДО-слой, сформированный при следующих режимах: КОН (n2) – 2 г/л, Na2SiO3 (n1) – 2 г/л., C – 100 мкФ, а наибольшей толщиной – при тех же концентрациях электролита, но при C – 400 мкФ.

3. Анализируя уравнения также можно сделать вывод, что наибольшее влияние на толщину и микротвердость МДО-слоя оказывает состав электролита. Причем при увеличении концентрации Na2SiO3 и КОН толщина МДО-слоя уменьшается, а микротвердость – увеличивается.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. **Черненко В. И. и др.** Получение покрытий анодно-искровым электролизом / В. И. Черненко, Л. А. Снежко, И. И. Папанова. Л.: Химия, 1991. 128 с.
2. **Суминов И. В., Эпельфельд А. В., Людин В. Б. и др.** Микродуговое оксидирование: теория, технология, оборудование. М.: ЭКОМЕТ, 2005. 368 с.
3. **Горчаков А. И., Щербаков Ю. В., Бородин Н. М.** Формирование покрытий увеличенной толщины на сплавах алюминия при микродуговом оксидировании // Технология металлов. 2006. № 1. С. 39–41.
4. **Мальшев В. Н., Марков Г. А., Федоров В. А.** Особенности строения и свойства покрытий, наносимых методом микродугового оксидирования // Химическое и нефтяное машиностроение. 1984. № 1. С. 26–27.
5. **Дударева Н. Ю.** Моделирование процесса формирования упрочненного слоя при микродуговом оксидировании алюминиевых образцов // Изв. вузов. Авиационная техника. 2008. №3. С. 63–65.
6. **Шандров Б. В., Морозов Е. М., Жуковский А. В.** Основы технологии микродугового оксидирования: Учебное пособие. М.: «ИД Альянс», 2008. 80 с.
7. **Руднев В. С., Гордиенко П. С., Курносова А. Г., Овсянникова А. А.** Влияние электролита на результат микродугового оксидирования алюминиевых сплавов // Защита металлов. 1991. Т. 27. № 1. С. 106–110.
8. **Мальшев В. Н., Колмаков А. Г., Бунин И. Ж.** Оптимизация режимов получения и свойств оксидных покрытий на алюминиевом сплаве с использованием метода мультифрактального анализа // Физика и химия обработки материалов. 1997. №5. С. 77–84.
9. **Маркова Г. А., Слонова А. И., Терлеева О. П.** Химический состав, структура и морфология микроплазменных покрытий // Защита металлов. 1997. Т. 33. №3. С. 289–294.
10. **Дунькин О. Н., Ефремов А. П., Крит Б. Л. и др.** Влияние параметров микродугового оксидирования на свойства покрытий, формируемых на алюминиевых сплавах // Физика и химия обработки материалов. 2000. №2. С. 49–53.
11. **Адлер Ю. П., Маркова Е. В., Грановский Ю. В.** Планирование эксперимента при поиске оптимальных условий. М.: Наука, 1976. 279 с.

ОБ АВТОРЕ

Дударева Наталья Юрьевна, доц. каф. ДВС. Дипл. инж. (УГАТУ, 1994). Канд. техн. наук по тепл. двигателям (там же, 1999). Иссл. в обл. износостойких покрытий деталей двигателей