

УДК 621

ИССЛЕДОВАНИЕ МИКРОДУГОВОГО ОКСИДИРОВАНИЯ НА ДЕТАЛЯХ ИЗ СПЛАВА AlSi10Mg, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО СПЛАВЛЕНИЯ

М.С. ЕРЕМКИНА¹, И.Р. АСЛАНЯН², И.А. НИКОЛАЕВ³

¹m.nedosukova@mail.ru, ²as-irina@rambler.ru, ³nikolaevia@mai.ru

Московский авиационный институт (Национальный исследовательский университет), Москва, Россия

Поступила в редакцию 27.10.2023

Аннотация. Данная работа посвящена исследованию формирования коррозионно-стойких покрытий методом микродугового оксидирования на деталях из сплава AlSi10Mg, полученных методом селективного лазерного сплавления, и определению оптимального времени их оксидирования. Установлено, что в исследуемом временном диапазоне до 350 минут формирование покрытий происходит с различной скоростью осаждения, покрытия характеризуются неравномерной толщиной слоя по всей поверхности образца и наличием пор. Наиболее эффективным временем оксидирования с получением покрытия с более однородной структурой в рабочем слое и с присутствием единичных пор является 120 минут, при этом толщина покрытия составляет от 60 до 270 мкм.

Ключевые слова: микродуговое оксидирование, селективное лазерное сплавление, микроструктура, алюминиевые сплавы.

ВВЕДЕНИЕ

Алюминий является одним из наиболее востребованных материалов в конструкциях двигателей летательных аппаратов. Конструкции и детали двигательных установок, изготовленные из алюминиевых сплавов, такие как корпусные детали агрегатов ДЛА, элементы входного направляющего аппарата ГТД, детали пневмо-, гидро- и электромеханических подсистем, элементы турбонасосных агрегатов ЖРД, корпуса топливных баков и т.д. в процессе эксплуатации подвержены коррозионному, эрозионному, механическому износу, а также заеданию при трении. В связи с этим при разработке и создании изделий авиационной и космической техники большое внимание уделяется защите от эрозии, коррозии и износа различных элементов, изготавливаемых из литевых алюминиевых сплавов с различным содержанием кремния [1, 2]. При этом интенсивно развивается изготовление таких элементов с использованием методов аддитивных технологий, и в том числе методов селективного лазерного сплавления (СЛС), в частности, из сплава AlSi10Mg [3]. Одной из наиболее распространенных причин выхода деталей и сборочных единиц ДЛА из строя является не поломка, а износ и повреждение рабочих поверхностей. Применяя покрытия с заданными свойствами, можно решить вопросы повышения износостойкости, коррозионной и эрозионной стойкости элементов конструкций ДЛА. Для обеспечения защиты и повышения эксплуатационных свойств сплава AlSi10Mg, получаемого методом СЛС, можно использовать керамикоподобные покрытия, получаемые микродуговым оксидированием (МДО) [4].

Повышение трибологических и коррозионных свойств сплава AlSi10Mg формированием на его поверхности МДО покрытия обусловлено образованием на поверхности подложки фазы

Al₂O₃, образующейся под действием плазменных разрядов в процессе оксидирования. Так как Al₂O₃ обладает высокой твердостью, хорошей коррозионной стойкостью и стойкостью к истиранию, покрытия, полученные методом МДО, обладают аналогичными свойствами [5].

Однако анализ малочисленных работ по обрабатываемости методом микродугового оксидирования данного сплава показал, что это является сложной задачей, поиск решения которой находится в начальной стадии.

Целью данной работы является определение оптимального времени оксидирования для формирования коррозионностойких МДО покрытий на деталях из сплава AlSi10Mg, полученных методом СЛС.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

В работе в качестве подложки для формирования МДО покрытий использовались образцы размером 15×15 мм из сплава AlSi10Mg, полученного методом селективного лазерного сплавления. Образцы изготовлены на оборудовании, по технологии и из материала ООО «ИЛМИТ» компании «Русал». Для изготовления образцов методом СЛС применяли порошок марки RS333, элементный состав которого представлен в таблице 1. Размер частиц порошка находился в диапазоне 20–63 мкм, средний размер частиц составлял 45 мкм.

Таблица 1

Элементный состав порошка RS333.

Элемент	Al	Si	Mg	Fe	Примеси
%, (мас.)	основа	9,0–11,0	0,2–0,45	не более 0,2	не более 0,15

Режимные параметры технологического процесса изготовления образцов из порошка RS333 методом селективного лазерного сплавления представлены в таблице 2.

Таблица 2

Режимные параметры технологического процесса селективного лазерного сплавления.

№	Параметр	Значение
1.	Мощность лазера, Вт	370
2.	Скорость лазера, мм/с	1300
3.	Межтрековое расстояние, мм	0,19
4.	Объемная плотность энергии, Дж/мм ³	49,9

Металлографические исследования структуры и химический анализ поверхности выполняли на сканирующем электронном микроскопе Carl Zeiss EVO-40 с системой энергодисперсионного микроанализа INCA X-ray Oxford instruments.

Формирование МДО покрытий осуществлялось на автоматизированной установке микродугового оксидирования мощностью 12 кВт в анодно-катодном гальваностатическом режиме при $I_a/I_k=1$ в силикатно-фосфатном электролите с содержанием гидроксида калия (KOH) 3 г/л, жидкого стекла (Na₂SiO₃) и пирофосфата натрия (Na₄P₂O₇) по 10 г/л. Плотность тока принималась равной 25 А/дм², а температура электролита 25 °С. Время оксидирования образцов, как показано в таблице 3, варьировалось от 50 до 350 мин.

Таблица 3

Время оксидирования образцов.

№ образца	1	2	3	4	5
Время оксидирования, мин	50	120	150	190	350

Исследование толщины получаемых покрытий в зависимости от времени оксидирования осуществлялось разрушающим методом на поперечных шлифах.

На полученных образцах были проведены исследования изменения шероховатости и морфологии полученных покрытий в зависимости от времени оксидирования с помощью лазерного микроскопа *Olympus LEXT OLS 5000*.

Элементный состав и структуру полученных покрытий исследовали на сканирующем электронном микроскопе *Carl Zeiss EVO-40* с системой энергодисперсионного микроанализа *INCA X-ray Oxford instruments*.

Испытание покрытий на коррозионную стойкость выполняли по ГОСТ 9.302-88 методом капли [6]. В качестве испытательного раствора применяли раствор соляной кислоты (HCl) и дихромата калия ($K_2Cr_2O_7$). 3–4 капли оранжевого раствора наносили на поверхность покрытия, переход цвета раствора из оранжевого в зеленый говорит об образовании продуктов коррозии. Покрытие считается коррозионностойким, если цвет капли раствора на его поверхности не изменяет свой цвет в течении 50 мин.

РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТА

Шероховатость поверхности образцов, полученных после СЛС, составляет 10–11 мкм. Структура поверхности представлена на рис. 1.



Рис. 1. Поверхность образцов из сплава AlSi10Mg, полученного методом СЛС (20X).

Далее на поверхности образцов, полученных методом селективного лазерного сплавления, формировали МДО покрытия.

Первый эксперимент проводился для построения вольт-временной характеристики, показанной на рис. 2, с целью выявления максимального времени процесса до момента начала разрушения покрытия, равного 350 минутам.

Из рис. 2 видно, что анодное напряжение плавно нарастает до времени оксидирования примерно 180–200 минут и после этого практически не изменяет свою величину 590–600 В. Катодное напряжение нарастало двумя скачками при времени оксидирования 70 минут и 100 минут, и при времени 180–200 минут достигло величины 220 В и до конца процесса (350 минут) не изменялось.

По результатам этого эксперимента были выбраны промежуточные временные интервалы для исследования кинетики роста покрытия на образцах. Временные интервалы для оксидирования образцов выбирались исходя из характера изменения построенной кривой катодного напряжения на рис. 2. Таким образом, были получены покрытия при 50, 120, 150, 190 мин оксидирования.

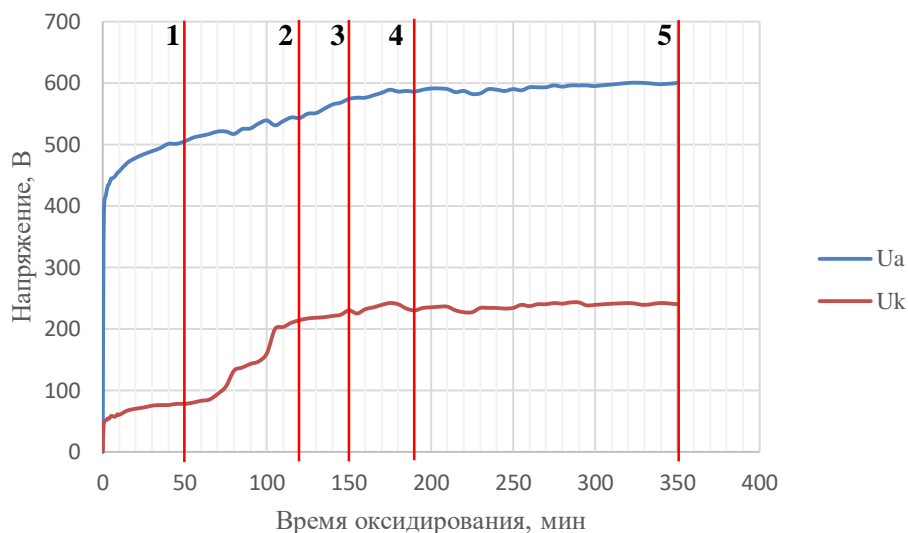


Рис. 2. Вольт-временная характеристика процесса МДО.

По результатам проведенных экспериментов была выявлена практически прямая зависимость влияния величины катодного напряжения на толщину покрытия (рис. 3). На графике изменения толщины покрытия в зависимости от времени окисления наблюдаются две точки перегиба: при времени осаждения 50 мин и 120 мин.

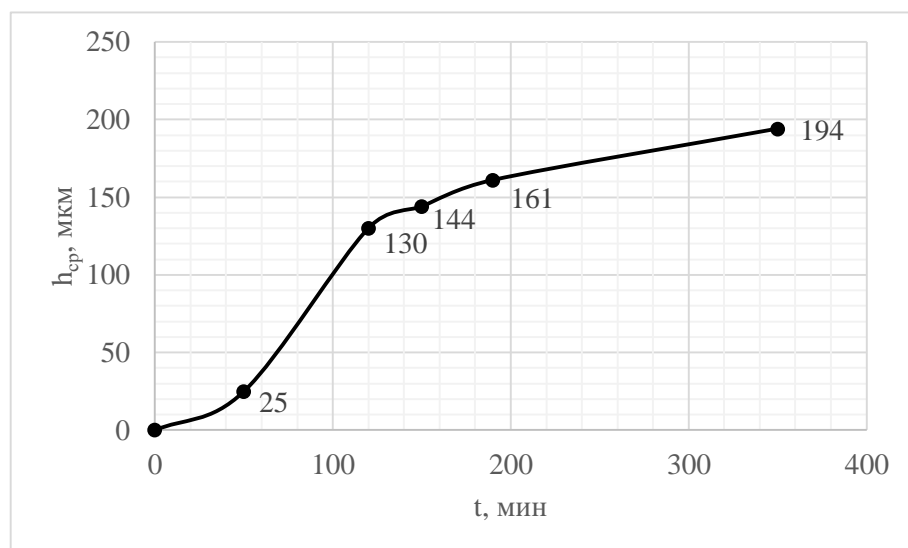


Рис. 3. Изменение толщины покрытия в зависимости от времени окисления.

В начальный период времени (с 0 по 50 минут) наблюдался плавный рост катодного напряжения до 90 В (рис. 2), сопровождающийся плавным ростом средней толщины покрытия с 0 до ~25 мкм (рис. 3). При этом скорость формирования МДО покрытия составляла примерно 0,5 мкм/мин.

После 50 минут процесса наблюдался резкий скачкообразный подъем катодного напряжения на 130 В за 60 минут, что привело к значительному росту средней толщины покрытия до 130 мкм, и скорость формирования МДО покрытия увеличилась в два раза и составила примерно 1,08 мкм/мин.

После 120 минут окисления и до 350 минут величина катодного напряжения незначительно увеличилась на 30 В. В результате этого увеличивается и толщина покрытия

до 194 мкм, а скорость формирования МДО покрытия значительно уменьшилась и составила примерно 0,55 мкм/мин.

На рис. 4 показано изменение шероховатости поверхности в зависимости от времени оксидирования. Исходная шероховатость поверхности образцов составляет $Ra=11$ мкм. После 50 минут оксидирования образцов наблюдается снижение шероховатости поверхности до 10 мкм, что связано с выравниванием поверхности за счет перекрытия поверхностных кратеров исходной поверхности образующимся покрытием. Далее шероховатость покрытия растет прямо пропорционально росту катодного напряжения.

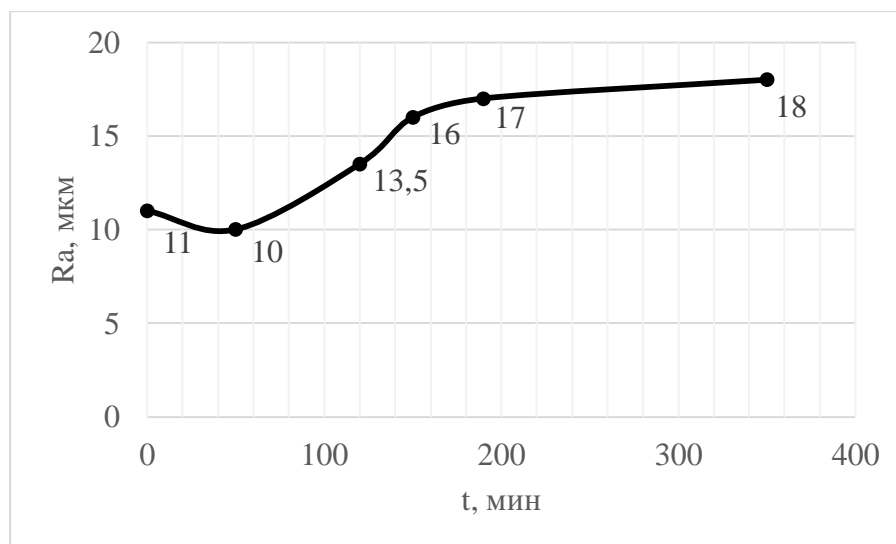


Рис. 4. Изменение шероховатости поверхности покрытия в зависимости от времени оксидирования.

На рис. 5 представлено изменение морфологии поверхностного слоя покрытия в зависимости от времени оксидирования. Наблюдается типичная структура МДО покрытия с наличием открытых пор, каверн. С увеличением времени оксидирования размер и количество открытых пор на поверхности покрытия растут.



Рис. 5. Структура поверхностного слоя МДО покрытия на сплаве AlSi10Mg, полученном методом СЛС (20X).

На снимках поперечных шлифов МДО покрытия (рис. 6) видно, что на всех временных режимах обработки покрытие имеет слоистую структуру, характеризуется неравномерной толщиной покрытия и наличием пор, что характерно для такого рода покрытий.

На первом образце, оксидированном при 50 минутах, слои покрытия плохо выражены. А на втором образце при времени оксидирования 120 минут хорошо просматривается, что прилегающий к металлу слой покрытия имеет более плотную структуру, с однородной практически беспористой структурой толщиной ~40–50 мкм, основной процент пор приходится на внешний технологический слой, что неизбежно при МДО.

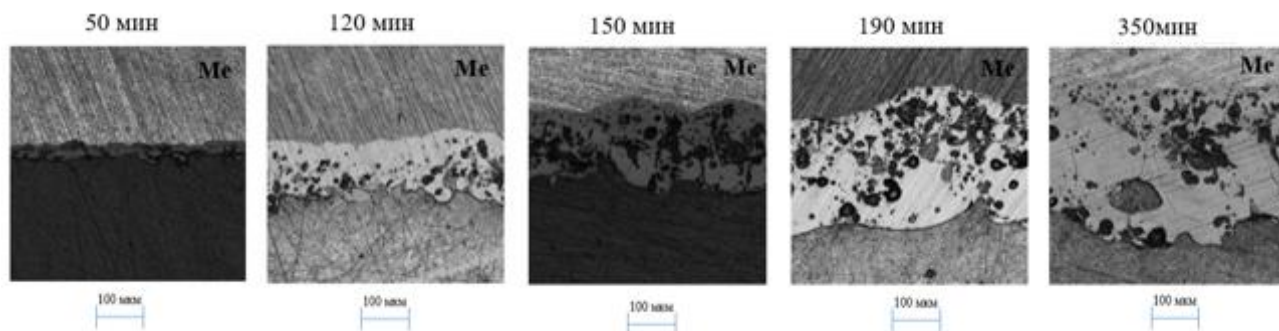


Рис. 6. Структура МДО покрытия на сплаве $AlSi10Mg$, полученном методом СЛС (20X).

Уже при 150 минутах оксидирования наблюдается трансформация плотного рабочего слоя, прилегающего к подложке, в пористый слой со значительным содержанием как открытых, так и закрытых пор. С ростом времени оксидирования увеличивается пористость по всей толщине покрытия, а также при оксидировании 350 минут наблюдаются трещины в покрытии и его разрушение.

Анализируя структуру покрытия на рис. 5, 6, можно сделать вывод, что оптимальным временем оксидирования для сплава $AlSi10Mg$, полученного методом СЛС, в выбранном электролите является время 120 минут.

При исследовании элементного состава покрытий было установлено, что химический состав покрытий не зависит от времени оксидирования. Однако по толщине покрытия состав существенно изменяется. На рисунках 7 и 8 показано изменение элементного состава покрытия по его толщине при 120 минутах оксидирования и структура соответственно.

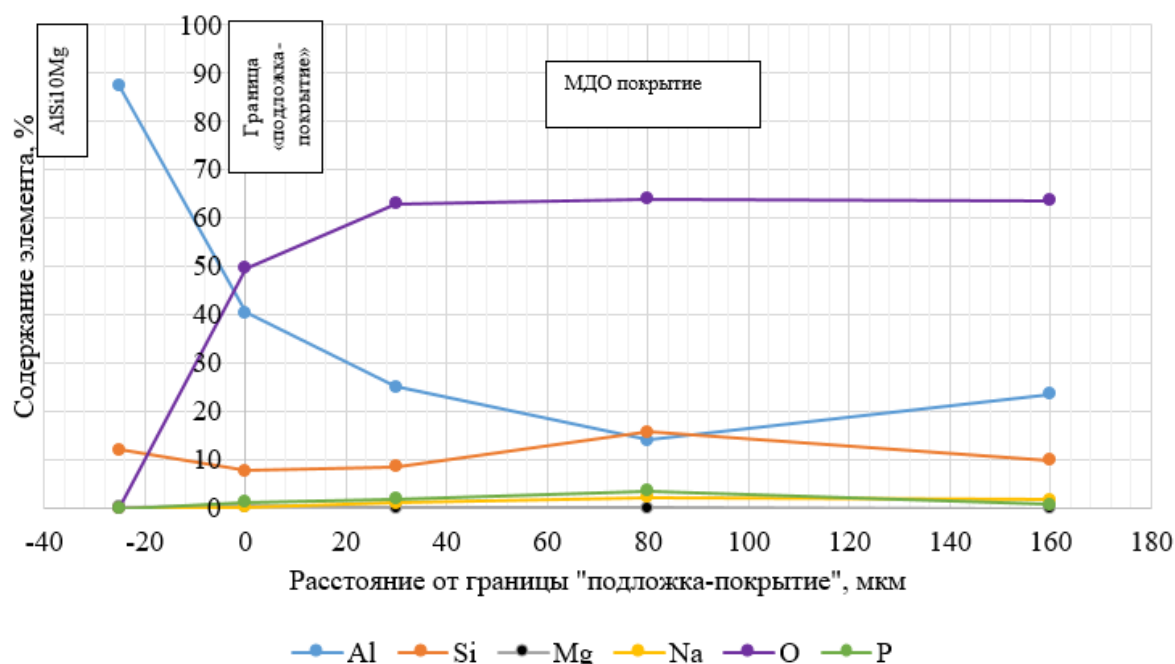


Рис. 7. Элементный состав МДО покрытия на сплаве $AlSi10Mg$, полученном методом СЛС, при 120 минутах оксидирования.

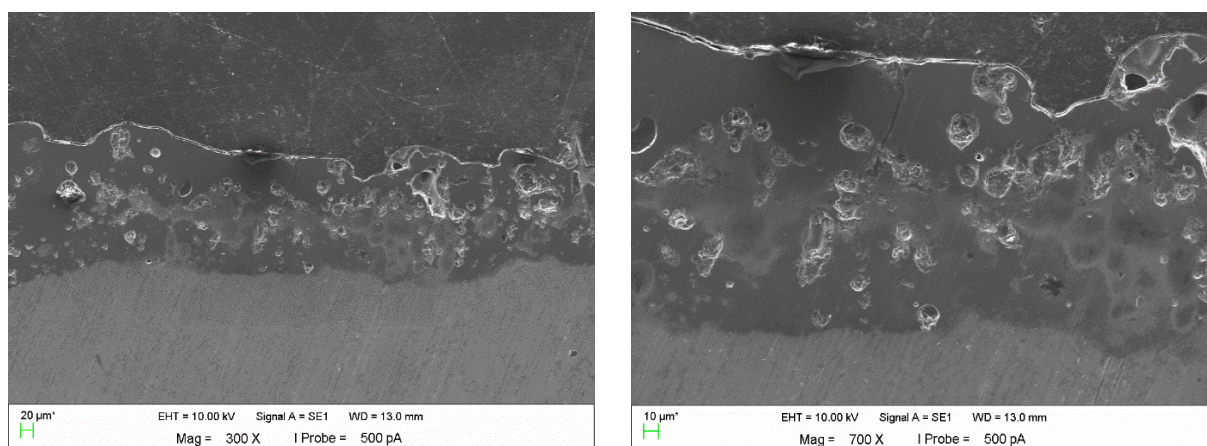


Рис. 8. Структура МДО покрытия на сплаве *AlSi10Mg*, полученном методом СЛС, при 120 минутах оксидирования.

Как было сказано ранее, покрытие, прилегающее к металлу и толщиной порядка 30 мкм, имеет более однородную структуру без сквозных пор и, как видно на графике элементного состава (рис. 8), этот слой покрытия характеризуется наибольшим содержанием алюминия и наименьшим содержанием кремния, что говорит о том, что данный слой должен обладать хорошей микротвердостью.

В зоне толщины покрытия от 30–40 мкм наблюдается снижение содержания алюминия с 25–28% до 15–20%, а доля силиката возрастает, что приводит к росту как закрытых, так и открытых пор в структуре покрытия. Это может быть связано с тем, что фазы соединений кремния более легкоплавки и большая энергетика разрядов приводит к появлению более пористой структуры.

Также при проведении исследования элементного состава покрытий подтвердилось сказанное ранее, что с увеличением времени оксидирования свыше 120 минут количество и размер пор в структуре материала увеличивается.

Испытания на коррозионную стойкость полученных покрытий показали, что все образцы имеют удовлетворительную стойкость к коррозии. В течение 50 минут воздействия раствора на покрытие продукты коррозии не были обнаружены на образцах. Следовательно, полученное покрытие имеет хорошую коррозионную стойкость.

В качестве эксперимента было предложено продолжить испытания на коррозию с целью определения максимального времени воздействия коррозионного раствора на полученные покрытия до появления продуктов коррозии на поверхности (изменение раствора с оранжевого цвета на зеленый). Эксперимент показал, что наименьшую стойкость показал образец, полученный при оксидировании в течении 50 мин и имеющий наименьшую толщину покрытия. Время появления продуктов коррозии на нем составило 80 мин. На остальных образцах продукты коррозии не были обнаружены в течение 300 мин. Однако на самом алюминиевом сплаве *AlSi10Mg*, полученного методом СЛС, коррозия началась с первых минут воздействия раствора на поверхность.

Таким образом, можно сделать вывод, что МДО покрытия, полученные на данном сплаве, имеют хорошую коррозионную стойкость и могут использоваться в качестве защитных покрытий от коррозии.

ВЫВОДЫ

В настоящей работе были получены защитные покрытия методом микродугового оксидирования в силикатно-фосфатном электролите на сплаве *AlSi10Mg*, полученном методом СЛС. Основная цель работы заключалась в определении зависимости толщины и морфологии

формируемых покрытий от времени оксидирования. Было установлено, что покрытия на всех временных режимах характеризуются неравномерной толщиной слоя по всей поверхности образца и наличием пор. При максимальной длительности процесса (350 мин) толщина полученного покрытия варьировалась от 77 до 473 мкм, а средняя толщина покрытия составила 194 мкм. При этом покрытие имеет неоднородную структуру, характеризуется значительным количеством пор и трещин по всей толщине, а также имеет единичные поры размером до 100 мкм. При минимальном принятом времени оксидирования (50 мин) толщина оксидного слоя лежит в диапазоне 16–60 мкм. Основной прирост толщины покрытия происходит при времени осаждения от 50 до 120 минут. Наиболее эффективным временем оксидирования с получением покрытия с более однородной структурой в рабочем слое и с присутствием единичных пор оказалось 120 минут, при этом толщина покрытия варьировалась от 60 до 270 мкм, средняя толщина покрытия составила 130 мкм. Испытания на коррозионную стойкость показали, что все полученные в данной работе покрытия имеют повышенную коррозионную стойкость на сплаве *AlSi10Mg*, полученном СЛС, и могут применяться на деталях ДЛА и ЭУ, изготовленных из данных материалов, в качестве защитных покрытий.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Кристал М.М., Ивашин П.В., Полуниин А.В., Боргардт Е.Д., Твердохлебов А.Я. Повышение эффективности технологии микродугового оксидирования алюминий-кремниевых сплавов. // Вектор науки ТГУ, 2015, № 2 (32-2). С. 86–93. [Krishtal M.M., Ivashin P.V., Polunin A.V., Borgardt E.D., Tverdohlebov A.Y. Improvement of the efficiency of micro-arc oxidation technology of aluminum-silicon alloys, (in Russian). // Science Vector of Togliatti State University, 2015, № 2 (32-2). P. 86–93.]
2. Басов А.А., Еремкина М.С., Караваев К.А. и др. Микродуговое оксидирование в технологии защитных и твёрдых смазочных покрытий элементов космических аппаратов / Материалы XXVII Международного симпозиума «Динамические и технологические проблемы механики конструкций и сплошных сред» имени А.Г. Горшкова. – Калужская обл., г. Крестьяны, санаторий «Вятчи», 17–21 мая 2021 г. – Т. 1. – М.: ООО «ТРП», 2021. – С. 38–39. [Basov A.A., Eremkina M.S., Karavaev K.A., et al. Micro-arc oxidation in the technology of protective and solid lubricating coatings of space vehicle elements, (in Russian). / Proc. of the XXVII International Symposium “Dynamic and Technological Problems in the Mechanics of Structures and Continua” named after A.G. Gorshkov. – Kaluga Oblast, Kremyonki, Vyatichi resort, 17–21 May 2021. – Vol. 1. – Moscow: TRP LLC, 2021. – P. 38–39.]
3. Галиновский А.Л., Голубев Е.С., Коберник Н.В., Филимонов А.С. Аддитивные технологии в производстве изделий аэрокосмической техники: Учебное пособие для вузов. – М.: Изд-во Юрайт, 2020. – 115 с. [Galinovskiy A.L., Golubev E.S., Kobernik N.V., Filimonov A.S. Additive Technologies in the Production of Aerospace Engineering Products: study guide for universities, (in Russian). – Moscow: Yurait Publ., 2020. – 115 p.]
4. Плазменно-электролитическое модифицирование поверхности металлов и сплавов. Т. 2. Под ред. И.В. Суминова. – М.: Техносфера, 2011. – 512 с. [Plasma-Electrolytic Modification of the Surface of Metals and Alloys, (in Russian). Vol. 2. Edited by I.V. Suminov. – Moscow: Tekhnosfera, 2011. – 512 p.]
5. Chenyu Liu, Qun Wang, Xuanyang Cao, Limei Cha, Renfeng Ye. Chidambaram Seshadri Ramachandran, Significance of plasma electrolytic oxidation treatment on corrosion and sliding wear performances of selective laser melted AlSi10Mg alloy, Materials Characterization, Volume 181, 2021, 111479, ISSN 1044-5803, <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2021.111479>.
6. ГОСТ 9.302-88. Единая система защиты от коррозии и старения. Покрытия металлические и неметаллические неорганические. Методы контроля. – М.: ИПК издательство стандартов, 2001. 41 с. [GOST 9.302-88. Unified system of corrosion and ageing protection. Metal and non-metal inorganic coatings. Control methods, (in Russian). – Moscow: IPK Izdatelstvo Standartov, 2001. 41 p.]

ОБ АВТОРАХ

Еремкина Мария Сергеевна, ассистент, аспирант кафедры «Технология производства двигателей летательных аппаратов» ФГБОУ ВО «МАИ». Дипл. магистр по направлению «Двигатели летательных аппаратов» (МАИ, 2020).

Асланян Ирина Рудиковна, профессор кафедры «Технология производства двигателей летательных аппаратов» ФГБОУ ВО «МАИ», доктор технических наук, доцент. Дипл. инженер-механик (УГАТУ, 1995). Иссл. в обл. трибологии и материаловедения ГТД.

Николаев Илья Алексеевич, доцент кафедры «Технология производства двигателей летательных аппаратов» МАИ. Кандидат технических наук (2022). Иссл. в области твёрдых смазочных покрытий, формируемых методами плазменных технологий.

METADATA

Title: Study of microarc oxidation using the AlSi10Mg alloy parts produced by selective laser melting.

Authors: M. S. Eremkina¹, I. R. Aslanyan², I. A. Nikolaev³

Affiliation: Moscow Aviation Institute (National Research University)

Email: ¹m.nedosukova@mail.ru, ²as-irina@rambler.ru, ³nikolaevia@mai.ru

Language: Russian.

Source: Vestnik UGATU (scientific journal of Ufa University of Science and Technology), vol. 27, no. 4 (102), pp. 41-49, 2023. ISSN 2225-2789 (Online), ISSN 1992-6502 (Print).

Abstract: This work is devoted to studying the formation of corrosion-resistant coatings using microarc oxidation on the AlSi10Mg alloy parts produced by selective laser melting and determining the optimal time for their oxidation. It was found that in the studied time range of up to 350 minutes, the formation of coatings occurs at different deposition rates; the coatings are characterized by an uneven layer thickness over the entire surface of the sample and the presence of pores. The most effective oxidation time to obtain a coating with a more uniform structure in the working layer and with the presence of single pores is 120 minutes, while the coating thickness ranges from 60 to 270 microns.

Key words: microarc oxidation, selective laser melting, microstructure, aluminum alloys.

About authors:

EREMKINA Maria Sergeevna, Assistant Professor, post-graduate student at the Department of Aircraft Engine Production Technology of MAI. Master's degree in the area of aircraft engines (MAI, 2020).

ASLANYAN Irina Rudikovna, Professor at the Department of Aircraft Engine Production Technology of MAI, Dr. Sci., Associate Professor. Dipl. of Mechanical Engineer (USATU, 1995). Research in the tribology and materials science of GTEs.

NIKOLAEV Ilya Alekseevich, Associate Professor at the Department of Aircraft Engine Production Technology of MAI. Candidate of Technical Sciences (2022). Research in the field of solid lubricating coatings formed by plasma technology methods.