

**INVESTIGATION OF THE INFLUENCE OF SUBSTRATES
AND ELECTRICAL PARAMETERS ON THE MECHANICAL PROPERTIES
OF COATINGS PRODUCED BY MICROPLASMA OXIDATION**

Anton Igorevich Kondratenko, Pavel Igorevich Butyagin

ZAO “MANEL”, bldg. 12, Vladimir Vysotsky str. 25, 634040, Tomsk, Russia
manel@manel.ru

ABSTRACT

The technology of microarc oxidation of aluminum and its alloys is one of the most promising and popular technologies in mechanical engineering, instrumentation, aviation and space industries. Obtaining coatings with desired properties and predicting the result are among the main problems of this technology. These problems are caused by the lack of information about coatings formed under different electrical conditions and on different alloys. In this work, we compare the properties of MAO coatings obtained on different aluminum alloys at different electrical parameters. The structure of the obtained coatings is described, the results of measuring the microhardness along the thickness of the coatings are presented, and the assessment of abrasion resistance and adhesive ability is carried out.

KEYWORDS

Microarc oxidation; microhardness; adhesion; resistance to abrasion; roughness.

**ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ПОДЛОЖЕК И ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ
НА МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПОКРЫТИЙ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ
МИКРОПЛАЗМЕННОГО ОКСИДИРОВАНИЯ**

Антон Игоревич Кондратенко, Павел Игоревич Бутягин

ЗАО «МАНЭЛ», Россия, 634040, Томск, ул. Владимира Высоцкого, 25, стр. 12
manel@manel.ru

АННОТАЦИЯ

Технология микродугового оксидирования алюминия и его сплавов является одной из перспективных и востребованных технологий в машиностроении, приборостроении, авиационной и космической отраслях. Сложности в получении покрытий с заданными свойствами и прогнозировании результата являются одной из проблем данной технологии. Эта проблема обусловлена недостатком информации о покрытиях, формируемых при разных электрических

режимах на разных сплавах. В данной работе сравниваются свойства МДО-покрытий, полученных на разных сплавах алюминия при разных электрических параметрах. Описаны структуры полученных покрытий, представлены результаты измерения микротвердости по толщине покрытий, проведена оценка устойчивости к истиранию и адгезионной способности.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

Микродуговое оксидирование; микротвердость; адгезия; устойчивость к истиранию; шероховатость.

Введение

Одним из перспективных материалов для многих отраслей современной промышленности является алюминий и его сплавы. Алюминий обладает малым весом в сравнении со сталью и чугуном, высокой электро- и теплопроводностью, более технологичен в использовании – скорость обработки материала выше, при этом стоимость ниже. К недостаткам изделий из алюминия можно отнести сравнительно малую твердость, меньший диапазон рабочих температур, низкие значения износостойкости, неравномерную оксидную пленку и высокий коэффициент температурного расширения. Повышение физико-технических свойств изделий из алюминия возможно путем модифицирования поверхности.

Метод микроплазменного оксидирования (МДО) является одним из перспективных способов модифицирования поверхности и формирования на ней слоя защитного керамического покрытия. Суть метода состоит в том, что при пропускании токов высокой плотности через границу раздела металл-электролит формируются условия для появления микроплазменных разрядов на поверхности изделия. Воздействие микроплазменных разрядов провоцирует формирование покрытия, состоящего, как правило, из смеси оксидов металла подложки и нестехиометрических соединений из электролита. На сегодняшний момент методом микродугового оксидирования могут быть модифицированы такие металлы, как алюминий,

магний, титан, цирконий, ниобий, тантал и др. Покрытия, получаемые методом МДО, обладают высокими значениями микротвердости, коррозионной устойчивости и износостойкости [1–6].

Одними из важных преимуществ метода МДО могут считаться: формирование равномерного защитного слоя на деталях сложной геометрической формы, использование экологически чистых электролитов (рН 6–8), протекание процесса при стандартных температурах 20–30 °С, возможность прогнозирования результата при покрытии разных сплавов алюминия.

Цель данной работы – исследование влияния сплавов алюминия на такие свойства получаемого МДО покрытия, как адгезия и износостойкость. Данные, полученные в ходе этой работы, помогут лучше прогнозировать получаемые свойства покрытий.

1. Материалы и методы исследования

Покрытие, полученное методом МДО, формировалось на подложках из алюминиевых сплавов АМг2М и Д16Т в анодном режиме по технологии, разработанной в АО «МАНЭЛ» в фосфатном электролите «MANEL-B» (рН = 6) с помощью импульсного источника питания ARCCOR III (производства АО «ЭлеСи») [7, 8].

Образцы с покрытием промывали в дистиллированной воде, далее сушили в сушильном шкафу при температуре 100 °С. Толщину МДО покрытия оценивали вихретоковым толщиномером Positector 6000

(± 1 мкм + 1%), измерения проводились не менее трех раз по бокам и ближе к центру образцов. Адгезию МДО покрытия определяли по ГОСТ 32299 на механическом адгезиметре «Константа АЦ» (ООО «К-М», Санкт-Петербург) методом «нормального» отрыва. Оценка износостойкости проходила на абразиметре Табера (модель 5135/5155) с использованием абразивных колес CS-17. Шероховатость поверхности с МДО покрытием измерялась с помощью измерителя шероховатости TR220. Микротвердость измерялась по ISO14577-1 на ультрамикротвердометре DУН-211S (Shimadzu, Япония) методом индентирования трехгранного алмазного наконечника Берковича (пирамида с углом наклона граней 115°) при режиме нагрузки «50 мН» ($F_{max} = 51,6 \div 52,9$ мН) с определением величин твердости индентирования H_{it} и НМТ115, автоматически фиксируемыми прибором по величине глубины вдавливания, условной твердости по Виккерсу HV^* , пересчитанной из значений H_{it} ,

а также прямым измерением размеров отпечатков индентирования для определения величины микротвердости НТ115 «Triangular pyramid hardness with 115° tip angle». Выбор типа индентора и нагрузки индентирования (50 мН) обусловлен морфологическим характером исследуемых образцов.

2. Результаты и их обсуждение

Образцы представляли из себя подложки из сплавов Д16Т и АМг2М ($\varnothing 110$ мм, $h = 2$ мм). Обработка микродуговыми разрядами проходила при напряжении источника питания 600 В, частоте 70 Гц, длительность импульса менялась от 200 до 400 мкс. (табл. 1). В начале процесса на образцах формировался тонкий переходный слой толщиной до 15 мкм, далее на всех образцах наращивалась толщина 35–40 мкм [9]. Средняя скорость формирования МДО покрытия и электрические параметры режима источника питания (ИП) представлены в табл. 1.

Таблица 1. Средняя скорость формирования МДО покрытия и электрические параметры режима ИП

Table 1. Average rate of formation of MAO coating and electrical parameters of the power supply mode

Режим / Mode	Напряжение, В / Voltage, V	Частота следования импульса, Гц / Pulse repetition rate, Hz	Длительность импульса, мкс / Pulse duration, μ s	Скорость формирования покрытия мкм/мин / Coating speed, μ m/min	Шероховатость (Ra), мкм / Roughness (Ra), μ m
Образцы из сплава Д16Т / Samples from alloy D16T					
I	600	70	200	0,6	2,5
II	600	70	400	0,9	3,7
Образцы из сплава АМг2М / Samples from alloy АМg2M					
I	600	70	200	0,85	2,3
II	600	70	400	1,2	2,8

Как видно из табл. 1, средняя скорость формирования МДО покрытия для всех образцов увеличивается при изменении длительности импульса от 200 до 400 мкс. Значения шероховатости менялись в зависимости от длительности импульса от 2,5 до 3,7 мкм для образцов из Д16Т и от 2,3 до 2,8 мкм для образцов из сплава АМг2М. Значения скорости формирования МДО покрытия на образцах из сплава АМг2М более высокие, чем для образцов из сплава Д16Т.

Таким образом, увеличение длительности импульса приводит к увеличению скорости формирования МДО покрытия, что сочетается с результатами, полученными в [10, 11]. Увеличение скорости формирования МДО покрытия на обоих сплавах приводит к увеличению шероховатости, для покрытия на сплаве подложки АМг2М шероховатость увеличилась незначительно.

Далее на абразиметре Табера оценивалась износостойкость образцов с МДО покрытием. Испытания прерывались, как только на покрытии становились заметны следы выкрашивания. Значения, полученные при испытании образцов с МДО покрытием, представлены в табл. 2.

Из табл. 2 видно, что группа образцов с МДО покрытием на подложке из сплава Д16Т выдерживает большое количество циклов. МДО покрытие, полученное при электрическом режиме II, для всех образцов показало большую устойчивость к истиранию. Таким образом, увеличение длительности импульса при формировании МДО покрытия способствует уменьшению его истираемости.

Оценка адгезионной прочности проводилась на механическом адгезиметре «Константа АЦ» методом «нормального» отрыва, результаты представлены в табл. 3.

Таблица 2. Значения, полученные при испытании на износостойкость образцов с МДО покрытием

Table 2. Values obtained during the wear resistance test of samples with MAO coating

Режим / Mode	Образец / Sample	Циклы / Cycles	Расстояние, км / Distance, km	Потеря массы, г / Weight loss, g
Образцы из сплава Д16Т / Samples from alloy D16T				
I	1	3400	7,47	0,041
	2	4500	9,89	0,049
	3	4000	8,79	0,046
II	1	5500	12,089	0,04
	2	7400	16,26	0,037
	3	6400	14,067	00,72
Образцы из сплава АМг2М / Samples from alloy AMg2M				
I	1	3000	6,59	0,022
	2	2500	5,49	00,29
	3	3000	6,59	0,020
II	1	4000	8,79	0,065
	2	3500	7,69	0,031
	3	4000	8,79	0,05

Таблица 3. Полученные значения при оценке адгезионной прочности МДО покрытия**Table 3.** Values obtained in assessing the adhesive strength of the MAO coating

Режим / Mode	Образец / Sample	Усилие отрыва, МПа / Breakout force, MPa
Образцы из сплава Д16Т / Samples from alloy D16T		
I	1	1,5
	2	1
	3	1
II	1	1,5
	2	2,5
	3	1,7
Образцы из сплава АМг2М / Samples from alloy АМg2M		
I	1	1
	2	1,3
	3	1,3
II	1	1,5
	2	1,8
	3	2

Оценка адгезии показала, что для групп образцов с МДО покрытием, сформированным при повышенном значении длительности импульса, необходимо большее усилие отрыва [12]. Покрытие, сформированное на подложках сплава Д16Т, показало боль-

шую силу сцепления, чем покрытие, сформированное на сплаве АМг2М.

С помощью оборудования ЦКП НИИ ТПУ из образцов с МДО покрытием были изготовлены шлифы. На рис. 1 показаны микрофотографии шлифов с МДО покрытием.

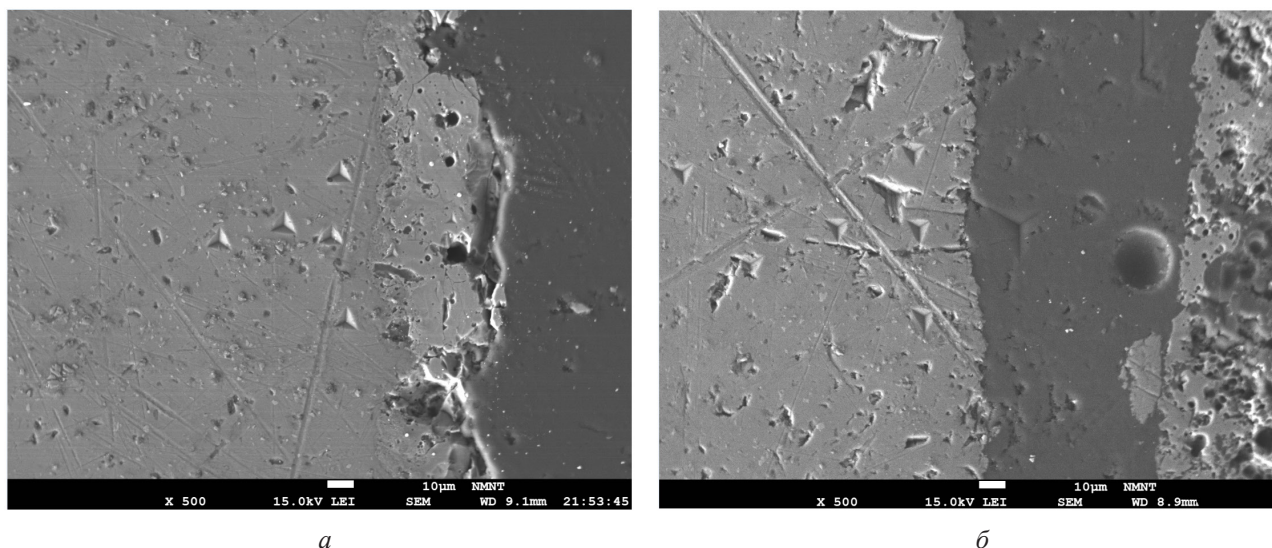


Рис. 1. Микрофотографии МДО покрытия ($\times 500$), полученного на подложке Д16Т при длительности импульса: *a* – 200 мкс; *б* – 400 мкс

Fig. 1. Micrographs of the MAO coating ($\times 500$) obtained on a D16T substrate at a pulse duration of: *a* – 200 μ s; *б* – 400 μ s

Из рис. 1 видно, что на шлифах алюминиевых образцов с МДО-покрытием заметны поры, трещины, неровности. В работах [13, 14] показано, что для структуры МДО покрытия, сформированной в фосфатном электролите, характерно наличие неровностей, пор и трещин. При этом размер и количество пор увеличиваются с ростом длительности импульса.

На изготовленных шлифах измерялась микротвердость МДО покрытия, измерения проводились возле границы раздела металл-МДО покрытие (10 мкм), на толщине 20 и 40 мкм. Схема измерений представлена на рис. 2.

Полученные значения микротвердости сведены в табл. 4.

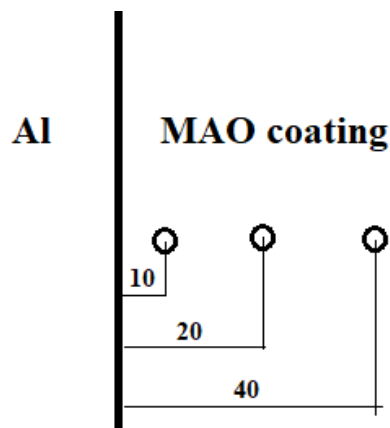


Рис. 2. Схема измерений микротвердости на шлифах с МДО покрытием

Fig. 2. Scheme of measuring microhardness on microsections with MAO coating

Таблица 4. Полученные значения микротвердости МДО покрытия

Table 4. The obtained values of the microhardness of the MAO coating

Режим / Mode	Образец / Sample	Глубина индентирования, мкм / Indentation depth, μm	Микротвердость, HV / Microhardness, HV
Образцы из сплава Д16Т / Samples from alloy D16T			
I	1	10	350
		20	362
		40	412
	2	10	285
		20	314
		40	350
	3	10	369
		20	468
		40	554
II	1	10	269
		20	465
		40	604
	2	10	365
		20	416
		40	406
	3	10	269
		20	365
		40	418

Режим / Mode	Образец / Sample	Глубина индентирования, мкм / Indentation depth, μm	Микротвердость, HV / Microhardness, HV
Образцы из сплава АМг2М / Samples from alloy АМg2М			
I	1	10	250
		20	204
		40	210
	2	10	443
		20	206
		40	220
	3	10	246
		20	189
		40	210
II	1	10	356
		20	448
		40	524
	2	10	680
		20	415
		40	550
	3	10	450
		20	423
		40	368

Из табл. 4 видно, что увеличение длительности импульса с 200 до 400 мкс приводит к увеличению значений микротвердости МДО покрытия для всех подложек. Среднее значение микротвердости МДО покрытия, сформированного на подложке из Д16Т, при длительности импульса 400 мкс составило 397,4 HV. Стоит заметить, что значения микротвердости МДО покрытия, сформированного на сплавах Д16Т, возрастают с увеличением его толщины. Таким образом, можно говорить, что микротвердость МДО-слоя на сплавах Д16Т зависит от длительности импульса и увеличивается с ростом толщины покрытия.

Покрyтия, полученные на сплавах АМг2М, имеют среднее значение микротвердости 468,2 HV. С увеличением толщины покрытия значения микротвердости уменьша-

лись. Таким образом, значения микротвердости МДО покрытия, сформированного на подложке АМг2М, зависят от длительности импульса и уменьшаются с ростом толщины защитного слоя [15].

Заклyчение

Увеличение длительности импульса при формировании МДО покрытий приводит к увеличению скорости его формирования и увеличению шероховатости поверхности для сплавов алюминия Д16Т и АМг2М.

МДО покрытие, сформированное на подложках из сплава Д16Т, показало более высокое сопротивление истираемости, чем покрытие на образцах из АМг2М. Таким образом, сопротивление истиранию МДО покрытия зависит от сплава подложки.

Измерение адгезии показало, что покрытие, сформированное на сплавах Д16Т при длительности импульса 400 мкс, имеет лучшее сцепление с поверхностью, чем МДО покрытие на подложках сплава АМг2М. Вероятно, на сцепление покрытия с подложкой влияют такие параметры, как длительность импульса и сплав подложки.

Изменение длительности импульса при формировании МДО покрытия влияет на его микротвердость. Увеличение длительности импульса с 200 до 400 мкс привело к увеличению микротвердости на всех образцах с МДО покрытием.

Значения микротвердости МДО покрытия зависят от толщины оксидного слоя. Увеличение толщины покрытия на сплавах Д16Т приводит к увеличению его микротвердости. Для МДО покрытия на сплавах АМг2М увеличение толщины покрытия приводит к уменьшению значений микротвердости.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Суминов И. В., Эпельфельд А. В., Людин В. Б. Микродуговое оксидирование. М.: ЭКОМЕТ, 2005. 352 с.
2. Арбузова С. С., Бутягин П. И., Большанин А. В., Кондратенко А. И., Воробьев А. В. Микроплазменная электролитическая обработка поверхности металлов: свойства покрытий, их применение // Известия высших учебных заведений: физика. 2019. Т. 62, № 11. С. 117–122. DOI: 10.17223/00213411/62/11/117.
3. Sikdar S., Menezes P. V., Maccione R., Jacob T., Menezes P. L. Plasma Electrolytic Oxidation (PEO) Process – processing, properties and applications // Nanomaterials. 2021. V. 11, Iss. 6. Article number 1375. DOI: 10.3390/nano11061375.
4. Yuting D., Zhiyang L., Guofeng M. The research progress on micro-arc oxidation of aluminum alloy // Conference Series: Materials Science and Engineering. 2019. V. 729. Article number 012055. DOI: 10.1088/1757-899X/729/1/012055.
5. Qi X., Shang H., Ma B., Zhang R., Guo L., Su B. Microstructure and Wear Resistance of Microarc Oxidation Ceramic Coatings // Materials. 2020. V. 13, Iss. 4. Article number 970. DOI: 10.3390/ma13040970.
6. Zhu Q., Zhang B., Zhao X., Wang B. Binary Additives Improve Microarc Oxidation Coating on 6061Al Anti-Corrosion Enhanced Alloy // Coatings. 2020. V. 10, Iss. 2. Article number 11. DOI: 10.3390/coatings10020128.
7. Бутягин П. И., Арбузова С. С., Большанин А. В., Петухов Д. В. Способ нанесения покрытия на изделия из вентильного металла или его сплава. Патент № 2736943 РФ, МПК С 25 D 11/02. Опубл. 23.11.2020.
8. Бутягин П. И., Арбузова С. С., Большанин А. В. Электролит для нанесения покрытия на вентильные металлы и их сплавы, способ нанесения покрытия и покрытие, полученное таким способом. Патент № 2671311 РФ. Опубл. 31.10.2018.
9. Zhu L., Ke X., Li J., Zhang Yu., Zhang Zh., Sui M. Growth mechanisms for initial stages of plasma electrolytic oxidation coating on Al // Surfaces and Interfaces. 2021. V. 25. Article number 101186. DOI: 10.1016/j.surfin.2021.101186.
10. Arunnellaiappan T., Kishore Babu N., Rama Krishna L., Rameshbabu N. Influence of frequency and duty cycle on microstructure of plasma electrolytic oxidized AA7075 and the correlation to its corrosion behavior // Surface and Coatings Technology. 2015. V. 280. P. 136–147. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2015.08.043.
11. De Tavares M., de Vitoriano J., da Silva R., Franco A., de Souza G., da Costa J. A., Alves-Junior C. Effect of duty cycle and treatment time on electrolytic plasma oxidation of commercially pure Al samples // Journal of Materials Research and Technology. 2019. V. 8, Iss. 2. P. 2141–2147. DOI: 10.1016/j.jmrt.2019.01.020.
12. Sharifi H., Aliofkhaezrai M., Darband G. B., Shrestha S. A review on adhesion strength of PEO coatings by scratch test method // Surface Review and Letters. 2018. V. 25, Iss. 3. Article number 1830004. DOI: 10.1142/S0218625X18300046.
13. Wang Sh., Liu X., Yin X., Du N. Influence of electrolyte components on the microstructure and growth mechanism of plasma electrolytic oxidation coatings on 1060 aluminum alloy // Surface and Coatings Technology. 2020. V. 381. Article number 125214. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2019.125214.
14. Dai W., Zhang C., Zhao L., Li Ch. Effects of Cu content in Al-Cu alloys on microstructure, adhesive strength, and corrosion resistance of thick micro-arc oxidation coatings // Materials Today Communications. 2022. V. 33. Article number 104195. DOI: 10.1016/j.mtcomm.2022.104195.
15. Кондратенко А. И., Бутягин П. И., Екимова И. А., Арбузова С. С., Большанин А. В. Влияние параметров процесса МДО на шероховатость и ударопрочность покрытий, сформированных на алюминиевых сплавах Д16 и АМг3 // Материалы 8-го Международного конгресса по потокам энергии и радиационным эффектам. 2022. С. 1117–1126. DOI: 10.56761/EFRE2022.C6-P-018801.

16. Арбузова С. С., Большанин А. В., Бутягин П. И. Особенности формирования МДО-покрытий камуфляжных оттенков на алюминиевых сплавах // Гальванотехника и обработка поверхности. 2023. № 31 (1). С. 49–56. DOI: 10.47188/0869-5326_2023_31_1_49.

17. Zhang J., Dai W., Wang X., Wang Ya., Yue H., Li Q., Yang X., Guo Ch., Li Ch. Micro-arc oxidation of Al alloys: mechanism, microstructure, surface properties, and fatigue damage behavior // Journal of Materials Research and Technology. 2023. V. 23. P. 4307–4333. DOI: 10.1016/j.jmrt.2023.02.028.

18. Бутягин П. И., Арбузова С. С. Влияние параметров режима короткоимпульсного микро-дугового оксидирования на состав покрытий, их свойства и эффективность процесса // Неорганические

материалы: прикладные исследования. 2021. № 12. С. 1373–1377. DOI: 10.1134/s2075113321050075.

19. Бутягин П. И. Влияние электрических параметров на шероховатость покрытия, полученного в коротко импульсном режиме микродугового оксидирования // Известия Санкт-Петербургского государственного технологического института. 2021. № 57 (83). С. 29–33. DOI: 10.36807/1998-9849-2020-57-83-29-33.

20. Sieber M., Mehner T., Dietrich D., Alisch G., Nickel D., Meyer D., Scharf I., Lampke T. Wear-resistant coatings on aluminium produced by plasma anodizing: A correlation of wear properties, microstructure, phase composition and distribution // Surface and Coatings Technology. 2014. V. 240. P. 96–102. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2013.12.021.