

## МАТЕРІАЛОЗНАВСТВО

УДК 669.295.539.121

DOI: 10.30977/BUL.2219-5548.2020.89.0.152

ЗМІНА СТРУКТУРИ ТА ВЛАСТИВОСТЕЙ МДО-ПОКРИТТІВ  
В АЛЮМІНІЄВОМУ СПЛАВІ АК4 В ПРОЦЕСІ ФОРМУВАННЯ ПОКРИТТЯ

Субботіна В. В.

Національний технічний університет «Харківський політехнічний інститут»

*Анотація.* У роботі досліджено структуру та властивості покриттів на сплаві АК4, сформованих у лужно-силікатному електроліті в анодно-катодному режимі методом мікродугового оксидування (МДО). Наведена двошарова будова та стадійність структуроутворення покриттів у сплаві АК4. Структура та властивості МДО-покриття визначаються не тільки умовами електролізу, а й товщиною самого покриття.

*Ключові слова:* алюмінієвий сплав АК4, мікродугове оброблення, фазовий склад, товщина покриття, мікротвердість.

**Вступ**

Метод мікродугового оксидування (МДО) – це технологія, яка дозволяє отримувати на вентилях металів покриття з особливим спектром властивостей. Цей метод дозволяє формувати на алюмінієвих сплавах покриття, які за товщиною перевищують традиційні оксидні плівки, є міцно зчепленими з основою та мають високі механічні, теплостійкі, зносостійкі, антикорозійні та антифрикційні властивості.

МДО-покриття, які сформовані за оптимальних режимів, поєднують високу довготривалість (зносостійкість, спеціальні властивості) та надійність. Вони збільшують експлуатаційну стійкість деталей машин та інструментів, дозволяють відновлювати зношену поверхню та зменшувати потребу в запасних частинах. За допомогою покриттів виробляють особливі властивості робочих поверхонь (жаростійкість, заданий коефіцієнт тертя, теплопровідність), що дає змогу значно розширити сфери застосування алюмінієвих сплавів.

На сьогодні збільшується частка алюмінієвих деталей з покриттями, отриманими методом МДО, тому що в разі такого типу оброблення твердість поверхні та зносостійкість збільшуються у 5–6 разів.

**Аналіз публікацій**

Вже є достатньо велика кількість робіт, де аналізується ця технологія, встановлені деякі закономірності формування покриттів, зв'язок структури з властивостями та режимами [1]. Але існують і недоліки цієї технології, основним з яких є відносно висока енергоємність та недостатня продуктивність, що обмежує

застосування цієї технології у масовому виробництві. Тому для подальшого розповсюдження технології МДО необхідно провести дослідження щодо зниження енергозатрат та підвищення швидкості формування покриттів [2].

Алюмінієві сплави та алюміній використовують у сучасній техніці як один з найважливіших матеріалів. Їх використовують для виготовлення різних деталей та елементів конструкцій з малою вагою, високою пластичністю, корозійною стійкістю, гарною зварюваністю [3]. Значно розширити галузь застосування алюмінієвих сплавів можливо за допомогою нанесення різноманітних покриттів на вироби. Тому однією з найбільших науково-технічних проблем сьогодення є проблема нанесення захисних покриттів на метали, які здійснювали б функцію дифузійного бар'єра, що буде гальмувати доступ агресивних середовищ, забезпечуючи захист від корозії. Крім того, покриття дозволяють надати металевим виробам зносостійкості. Це дає можливість використовувати їх у парах тертя та для відновлення зношених деталей, а також сприяє вирішенню декоративних завдань [4].

Існує багато способів нанесення покриттів, а саме: газове, детонаційне, плазмове, електрохімічне, вакуумне напылення тощо. Але отримати принципово нову якість покриттів можливо в разі використання методу МДО [5].

**Мета та постановка завдання**

Метою роботи є дослідження впливу режимів МДО та складу електроліту на фазовий склад і мікротвердість покриттів, отри-

маних методом мікродугового оксидування на сплаві АК4, для підвищення зносостійкості.

Для виконання завдання необхідно розглянути такі питання:

- визначення електроліту і режиму мікродугового оксидування;
- вплив режимів МДО та складу електроліту на фазовий склад покриття;
- визначення режимів МДО та складу електроліту, які забезпечують формування покриття, товщиною 100–150 мкм і мікротвердістю, більше 10000 МПа.

#### Дослідження властивостей покриттів, отриманих методом МДО

Аналіз особливостей структуроутворення МДО-покриттів у процесі їх формування здійснювався на алюмінієвому сплаві АК4. Хімічний склад АК4 наведено у табл. 1.

Оброблення зразків (діаметром 30 мм, висотою 10 мм) здійснювалося на лабораторному обладнанні з джерелом живлення конденсаторного типу в анодно-катодному режимі (електроліт – 2 г/л КОН + 12 г/л  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  за щільності струму  $j = 20 \text{ А/дм}^2$ . Температура електроліту (20–30 °С) підтримувалася охолодженням ванни водою і перемішуванням електроліту стисненим повітрям.

Металографічне дослідження поперечного шліфа зразка з МДО-покриттям виявило характерні особливості покриття (рис. 1). Так, його поверхневий шар пористий, має світло-сірий колір, легко видаляється зачисткою на абразивному папері. Його товщина становить 30–50 % від загальної товщини покриття. Якщо покриття використовується для деталей вузлів тертя, то цей поверхневий шар (його називають технологічним) необхідно видалити. За інших функціональних призначень (діелектричних, захисних, підкладка для нанесення інших покриттів) видаляти його не потрібно.

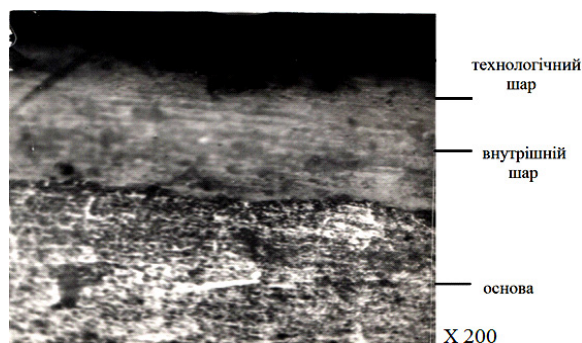


Рис. 1. Мікроструктура МДО-покриття на сплаві АК4

Внутрішній шар покриття в сплаві АК4 має чорний колір, він монолітний, зносостійкий, його структура та фазовий склад визначатимуть властивості покриття. Нижче подані дані належать до внутрішнього шару МДО-покриття.

У роботі досліджено кінетику зростання покриття (рис. 2). Час оброблення змінювався від 5 хвилин до 3 годин.

Лінійна залежність товщини покриття від часу оксидування дозволяє формувати покриття заданої товщини.

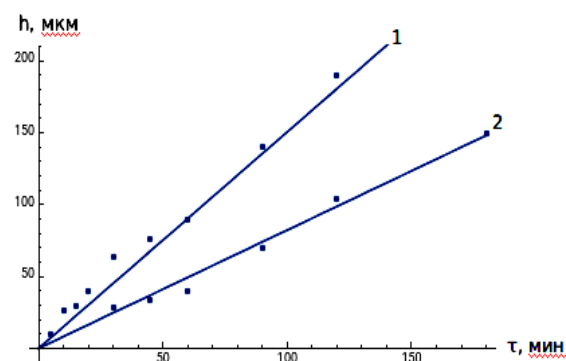


Рис. 2. Кінетика формування товщини покриття на сплаві АК4 (електроліт 2г/л КОН + 12г/л  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ); 1 – загальна товщина; 2 – товщина внутрішнього шару

Таблиця 1 – Хімічний склад сплаву АК4, % [ 2 ]

Основні компоненти	Домішки (не більше)								
	Si	Mn	Ti	Mg	Fe	Cu	Ni	Zn	інші
Al	0,5–1.2	до 0.2	до 0,1	1.4–1.8	0,9–1.3	1.9–2.5	0.8–1.3	до 0,3	кожна 0.05; всього 0.1

Результати рентгеноструктурного аналізу дозволили визначити фазовий склад покриття в процесі його зростання. Типова дифрактограма, наведена на рис. 3, свідчить про кристалічну будову покриття Рентгенозні-

мання здійснювалось на обладнанні ДРОН-3 у випромінюванні  $K_{\alpha}$ -Cu, кількісний фазовий аналіз проводився дифрактометричним методом з використанням еталонних зразків [6].

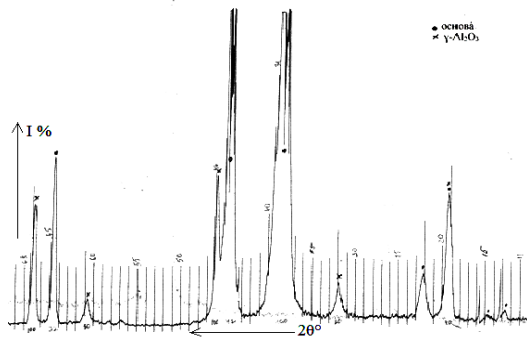


Рис. 3. Дифрактограма покриття на алюмінієвому сплаві АК4,  $h = 40$  мкм;  $\tau = 20$  хв

Результати рентгеноструктурного аналізу демонструють, що формування покриття відбувається в дві стадії: на першій (товщина покриття до  $\sim 50$  мкм) формується однорідне за фазовим складом покриття, що складається тільки з фази  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  (рис. 3, табл. 2). На другій стадії на ряді з фазою  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  з'являється фаза  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ , кількість якої в покритті збільшується з часом оброблення (з товщиною покриття). Отримані результати можна пояснити зростанням потужності мікророзрядів, що призводить до підвищення температури в об'ємі розряду, отже, реалізуються температурні умови поліморфного перетворення  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  в  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  зі збільшення товщини покриття [4].

Отримані результати (рис. 4, табл. 2) свідчать про те, що структура і властивості покриттів визначаються не тільки умовами електролізу, а й товщиною самого покриття.

На рис. 5 наведено вплив змісту фази  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  в покритті на його твердість. Зі збільшенням товщини покриття спостерігається

Таблиця 2 – Товщина і фазовий склад покриття в сплаві АК4

Час оброблення $\tau$ , хв.	5	10	15	20	30	45	60	90	120	180
Товщина $h^*$ , мкм	10	25	30	40	64/30	75/35	90/40	140/70	190/105	250/150
$\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ , %	100	100	100	100	98	95	90	80	55	25
$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ , %	0	0	0	0	2	5	10	20	45	75

\* – знаменник – товщина внутрішнього шару покриття

### Висновки

1. Досліджено структуру і властивості покриттів на сплаві АК4, сформованих у лужно-силікатному електроліті в анодно-катодному режимі.

2. Наведена стадійність структуроутворення покриттів у сплаві АК4. Відбувається перехід від однофазної будови покриття (фаза  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) до двофазної ( $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3 + \alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ).

3. Структура та властивості МДО-покриття визначаються як параметрами електролізу, так і їхньою товщиною.

збільшення твердості, пов'язане зі збільшенням вмісту  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  фази.

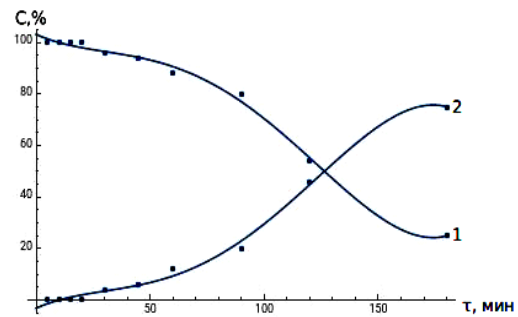


Рис. 4. Фазовий склад покриття в процесі його формування

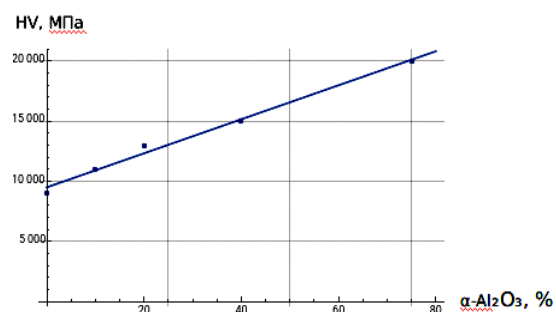


Рис. 5. Вплив вмісту в покритті фази  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  на твердість покриття

Аналіз отриманих результатів демонструє, що для забезпечення максимальної твердості покриття в сплаві АК4 в електроліті з вмістом 2 г/л КОН + 12 г/л  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ , товщина основного шару повинна складати 100–150 мкм. Варіюючи товщиною покриття, можна в широкому інтервалі змінювати властивості покриттів, отриманих методом МДО.

### Література

1. Микродуговое оксидирование (теория, технология, оборудование) / Суминов И. В., Эпельфельд А. В., Людин В. Б., Крит Б. Л., Борисов А. М. Москва: ЭКОМЕТ, 2005. 368 с.
2. Шкілько А. М., Тихолненко В. В. Аналіз способу зміцнення деталей микродуговим оксидуванням. *Вісник національного технічного університету «ХПІ»: зб. наук. праць. Тематичний вісник: Нові рішення в сучасних технологіях*. 2010. № 46. С. 252–257.

3. Мальцев М. В. Металлография промышленных цветных металлов и их сплавов. Металлургия. 1970.
4. Ракочі А. Г., Бардін І. В. Мікродугове оксидування легких сплавів. *Металург.* 2010. № 6. С. 58–61.
5. Мікродугове оксидування (обзор) / Суминов І. В. и др. *Приборы.* 2001. № 9. С. 13–23.
6. Штольц А. К., Медведев А. И., Курбанов Л. В. Рентгеновский фазовый анализ. Екатеринбург: ГОУ-ВПО УГТУ-УПИ, 2006.

### References

1. Microarc oxidation (theory, technology, equipment) / Suminov I. V., Epelfeld A. B., Lyudin V. B., Crete B. L., Borisov A. M. Moskva: ECOMET, 2005. 368 s.
2. Shkilko A. M., Tikhonenko V. V. Analysis of the method of detailing the microarc oxide oxidation. *News of the National Technical University «KhPI»: zб. sciences. prats. Thematic bulletin: New solution in HUCH technology.* 2010. No 46. P. 252–257.
3. Maltsev M. V. Metallography of industrial non-ferrous metals and their alloys. Metallurgy. 1970.
4. Rakoch A. G., Bardin I. V. Mikrodogovym oxidation of light alloys. *Metallurg.* No. 6. S. 58–61.
5. Microarc oxidation (review) Suminov I. V. et al. *Instruments.* 2001. No. 9, S. 13–23.
6. Shtolts A. K., Medvedev A. I., Kurbanov L. V. X-ray phase analysis. Ekaterinburg: GOU-VPO USTU-UPI, 2006.

**Субботіна Валерія Валеріївна**, к. т. н., доцент, кафедра «Матеріалознавство», Національний технічний університет «Харківський політехнічний інститут», вул. Кирпичова, 2, м. Харків, Україна, 61002, E-mail: [subbotina.valeri@gmail.com](mailto:subbotina.valeri@gmail.com) тел. : 067-933-20-68.

### Changing the structure and properties of micro-arc oxide coatings on aluminum alloy AK4 in the process of forming coatings

**Abstract. Problem.** The problem is increasing the range of aluminum alloy products with micro-arc oxide (MAO) coatings to improve surface hardness and durability by 5–6 times. **Goal.** The goal is to investigate the effect of MAO modes and electrolyte composition on the phase composition and micro-hardness of coatings obtained by MA oxidation on AK4 alloy in order to optimize the MAO modes. **Methodology.** X-ray structural analysis (Dron-3) in radiation  $K\alpha$ -Cu, microhardness measurement (PMT-3) with the load of 100 gr, measurement of coating thickness (vortex thickness gauge BT – 10NTs). **Results.** A metallographic study of the cross-section of the sample with MAO coating revealed the characteristic features of the coating. The coating has a two-layer structure consisting of a technological layer (porous) and a basic one (monolithic, durable). The results of X-ray structural analysis allowed

us to determine the phase composition of the coating in the process of its growth. The formation of the coating occurs in two stages: in the first stage (thickness up to  $\sim 50 \mu\text{m}$ ) a coating homogeneous in phase composition is formed, consisting only of the  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  phase, in the second stage along with the  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  phase a  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  phase appears whose amount increases with the processing time (with the thickness of the coating). The obtained results can be explained by the increase in the power of the micro-discharges, which leads to an increase in the temperature in the discharge volume and the temperature conditions of the polymorphic transformation of  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  into  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  are realized with increasing coating thickness. The results obtained show that the structure and properties of coatings are determined not only by the conditions of electrolysis, but also by the thickness of the coating itself. It is shown that with increasing coating thickness, there is an increase in hardness due to an increase in the  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  phase content. To ensure maximum coating hardness in the AK4 alloy in the electrolyte with a content of 2 g / l KOH + 12 g / l  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ , the thickness of the base layer should be 100–150  $\mu\text{m}$ . **Originality.** The structure, phase composition and properties are determined by electrolysis conditions and coating thickness. **Practical value.** The results obtained are a recommendation for the treatment of aluminum alloy AK4 by the method of micro-arc oxidation to obtain the desired properties. **Key words:** AK4 aluminum alloy, micro-arc oxidation, phase composition, coating thickness, micro-hardness.

**Subbotina Valeria**, candidate of technical sciences, Department of Materials Science National Technical University «Kharkiv Polytechnic Institute», Kirpichova str., 2, Kharkiv, Ukraine, 61002, E-mail: [subbotina.valeri@gmail.com](mailto:subbotina.valeri@gmail.com), tel. 067-933-20-68.

### Изменение структуры и свойств МДО-покрытий на алюминиевом сплаве АК4 в процессе формирования покрытия

**Аннотація.** В роботі дослідовані структура і свойства покриттів на сплаве АК4, сформованих в щелочно-силикатном електроліті при анодно-катодному режимі методом мікродугового оксидування (МДО). Показано двухшарне строение і стадійність структуроутворення покриттів на сплаве АК4. Структура і свойства МДО-покрытий определяються не тільки умовами електролізу, але і товщиною самого покриття. **Ключевые слова:** алюмінієвий сплав АК4, мікродугове оксидування (МДО), фазовий состав, товщина покриття, мікротвердість.

**Субботіна Валерія Валеріївна** к. т. н., доцент, Кафедра «Матеріалознавство», Національний технічний університет «Харківський політехнічний інститут», вул. Кирпичова, 2, г. Харків, Україна, 61002, [subbotina.valeri@gmail.com](mailto:subbotina.valeri@gmail.com), 067-933-20-68.