

На правах рукописи



БАО ФЭНЮАНЬ

**ФОРМИРОВАНИЕ ОКСИДНЫХ ПОКРЫТИЙ НА АЛЮМИНИЕВЫХ
СПЛАВАХ МИКРОДУГОВЫМ ОКСИДИРОВАНИЕМ И ОСОБЕННОСТИ ИХ
РАЗРУШЕНИЯ**

Специальность 2.6.17. Материаловедение (технические науки)

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Комсомольский-на-Амуре государственный университет», на кафедре «Материаловедение и технология новых материалов».

Научный руководитель - **Башков Олег Викторович**, доктор технических наук, доцент, заведующий кафедрой «Материаловедение и технология новых материалов» ФГБОУ ВО «Комсомольский-на-Амуре государственный университет», г. Комсомольск-на-Амуре

Официальные оппоненты: **Гордиенко Павел Сергеевич**, доктор технических наук, профессор, заслуженный деятель науки РФ, заведующий лабораторией защитных покрытий и морской коррозии ФГБУН Институт химии ДВО РАН, г. Владивосток

Коневцов Леонид Алексеевич, кандидат технических наук, старший научный сотрудник ФГБУН Хабаровский Федеральный исследовательский центр Институт Материаловедения Дальневосточного отделения Российской академии наук, г. Хабаровск

Ведущая организация - Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук (ИФПМ СО РАН), г. Томск

Защита состоится 23 июня 2023 г. в 14:00 часов на заседании диссертационного совета 24.2.316.01 в Федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Комсомольский-на-Амуре государственный университет» по адресу: 681013, г. Комсомольск-на-Амуре, пр. Ленина, д. 27, ауд. 201/3.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ФГБОУ ВО «Комсомольский-на-Амуре государственный университет» и на сайте https://sovet.knastu.ru/diss_defense/show/182.

Отзывы на автореферат в двух экземплярах, подписанные и заверенные гербовой печатью организации, просим направлять по указанному адресу на имя ученого секретаря диссертационного совета, а также на электронную почту diss.material@yandex.ru.

Автореферат разослан «___» _____ 2023 г.

Учёный секретарь
диссертационного совета, к.т.н.



Проценко Александр Евгеньевич

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы

Алюминий и его сплавы отличаются рядом ценных технологических и эксплуатационных характеристик и свойств (низкая плотность, высокие тепло- и электропроводность). В настоящее время данные материалы широко применяются в авиастроении, машиностроении и других отраслях в качестве конструкционных материалов. Однако сложные рабочие условия оказывают серьезное влияние на ресурс и срок службы данных конструкционных материалов, поэтому вопросы защиты и модификации поверхности алюминия и его сплавов являются актуальными и в настоящее время. Одним из перспективных направлений решения этой проблемы является нанесение на поверхность алюминия и его сплавов оксидных керамических покрытий методом микродугового оксидирования (МДО). Применение технологии МДО до настоящего времени было ограничено по ряду причин, к которым относится отсутствие систематизированной связи между показателями свойств получаемых покрытий и параметрами оксидирования, дающей практические рекомендации по достижению оптимальных режимов оксидирования.

Таким образом, выбор режима МДО для различных геометрических конфигураций изделий из разных материалов действительно является проблемным вопросом для текущего состояния технологии. Для решения данной проблемы необходимо установление линеаризации сложной зависимости изменения параметров, определяющих свойства покрытия от параметров задаваемых режимов МДО. По мере развития технологии МДО перспективным направлением исследований в последний период времени стал поиск сопутствующего параметра, комбинированного с факторами обработки, который бы обеспечивал комплекс свойств получаемых МДО покрытий в реальном времени. Решение подобных задач может быть реализовано путем контроля за технологическим процессом и установления устойчивой взаимосвязи между параметрами, задаваемыми режимом технологического процесса и получаемым результатом.

Одним из решений задачи применительно к МДО является разработка методики управления качеством оксидных покрытий, формируемых на алюминиевых сплавах в процессе МДО, с использованием метода акустической эмиссии (АЭ), как эффективного метода исследования кинетики различных протекающих процессов, позволяющего получить дополнительную информацию о качестве и свойствах оксидного покрытия.

Степень проработанности темы

Большой вклад в развитие теоретических механизмов и совершеннейших практических технологий МДО, применяемых в различных материалах, внесли такие российские и зарубежные ученые, как Т.Б. Ван, Г.П. Виртц, П.С. Гордиенко, А.Л. Ерохин, М.М. Криштал, П. Курце, Ц. Мяо, А. В. Николаев, А.И. Слонова, В. Сюэ, В.А. Федоров, и другие. Большой вклад в развитие теоретических и практических исследований основ анализа АЭ при деформации и разрушении материалов внесли такие российские и зарубежные ученые, как О.В. Башков, Г.А. Бигус, В.С. Бойко, С.И. Буйло, А.В. Виноградов, В.И. Иванов, Д.Л. Мерсон, Г.Б. Муравин, Л.Н. Степанова, К. Оно, А. Грин, М. Хамстед, М. Саус, А. Поллок, Т. Шиотани. В большинстве научных работ о технологии МДО описаны теоретические аспекты, механизм осаждения оксида, теоретическая модель электрической пробоя. Работы связаны с методом АЭ описаны механизм разрушения материалов и распространения АЭ волн в материалах, обработки АЭ сигналов, зарегистрированных при разрушении, и причины их происхождения.

Цель диссертационной работы

Цель диссертационной работы заключается в установлении закономерностей влияния технологических режимов микродугового оксидирования на параметры и свойства оксидных покрытий, формируемых на алюминиевых сплавах, и критериев выявления повреждений на ранних стадиях разрушения алюминиевых сплавов с оксидными покрытиями в различных условиях нагружения.

Для достижения поставленной цели решались следующие задачи:

1. Проведение экспериментальных исследований по установлению влияния разнородных факторов технологии МДО на параметры и морфологию поверхности оксидных покрытий, формируемых на алюминиевых сплавах.
2. Разработка методики управления качеством оксидных покрытий, позволяющей повысить достоверность определения показателей свойств оксидных покрытий, формируемых на алюминиевых сплавах, и эффективность процесса МДО.
3. Разработка критериев оценки и прогнозирования поврежденности на ранних стадиях усталостного разрушения алюминиевых сплавов с МДО покрытием при циклическом нагружении.

Объектом исследования являются оксидные покрытия, наносимые методом МДО на поверхность алюминиевых сплавов 1163 и Д16АТ.

Предметом исследований являются параметры и морфология поверхности покрытий, и показатели механических свойств образцов с оксидными покрытиями, наносимыми на алюминиевые сплавы методом МДО.

Научная новизна диссертационной работы заключается в следующем:

1. Определено влияние электрических режимов микродугового оксидирования на морфологию и качество оксидных покрытий, формируемых на алюминиевых сплавах Д16АТ и 1163. Установлено, что стабильный линейный рост толщины покрытия начинается после достижения определенного уровня электрического напряжения, выше которого значения шероховатости и толщины оксидных покрытий находятся между собой в линейной зависимости.
2. Предложен критерий управления качеством оксидных покрытий, формируемых на алюминиевых сплавах в процессе микродугового оксидирования, основанный на выборе периода устойчивого роста оксидного покрытия по характеру изменения амплитуды регистрируемых сигналов акустической эмиссии.
3. Обосновано использование критерия оценки и прогнозирования поврежденности алюминиевых сплавов с оксидным покрытием, формируемым в процессе микродугового оксидирования, на ранних стадиях усталостного разрушения на основе предложенного нового параметра акустической эмиссии.

Теоретическая и практическая значимость диссертации

1. Практическая значимость диссертации заключается в разработке способа и методики управления качеством оксидных покрытий на алюминиевых сплавах, формируемых в процессе микродугового оксидирования.
2. Предложен критерий оценки характера поврежденности оксидного покрытия в процессе действия циклических нагрузок, который может быть использован для прогнозирования разрушения изделий с оксидными покрытиями, формируемыми в процессе микродугового оксидирования.
3. Результаты научной работы были внедрены в учебный процесс при курсовом и дипломном проектировании и использованы при чтении курсов на кафедре «Материаловедение и технология новых материалов» и приняты к использованию на малом

инновационном предприятии ООО «ЭСКО» при разработке критериев разрушения конструкций из алюминиевых сплавов с покрытиями.

На защиту выносятся:

1. Установленные зависимости между параметрами и морфологией оксидных покрытий, сформированных на поверхности алюминиевых сплавов Д16АТ и 1163, и электрическими параметрами микродугового оксидирования.

2. Методика управления качеством оксидных покрытий, формируемых на алюминиевых сплавах, основанная на установлении характера изменения амплитуды сигналов акустической эмиссии в процессе микродугового оксидирования.

3. Методика идентификации типов развивающихся повреждений, критерии оценки поврежденности и прогнозирования разрушения в алюминиевых сплавах с оксидным покрытием на основе анализа зарегистрированных сигналов акустической эмиссии при циклической деформации материалов.

Методология и методы исследования

В работе использовались современные методы исследования структуры материалов и эволюции структурных изменений при механическом воздействии на материалы. Экспериментальные исследования проводились на базе оборудования центра коллективного пользования научным оборудованием «Новые материалы и технологии» федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Комсомольский-на-Амуре государственный университет». Микродуговое оксидирование для формирования оксидного покрытия выполнялось с использованием программно-аппаратного комплекса, изготовленного в ДВФУ и разработанного при участии Института химии ДВО РАН. Механические испытания образцов на растяжение выполнялись на электромеханической испытательной машине, испытания на усталость выполнялись на магнитодинамической установке для циклических испытаний. Для структурного анализа и анализа поверхности использовались оптический и сканирующий электронный микроскопы. Регистрация и анализ сигналов АЭ выполнялись с использованием системы на базе АЦП Adlink PCI-9812 и программного обеспечения AE Pro-2.0. Для компьютерной обработки и расчета результатов экспериментальных исследований использовалось программное обеспечение MS Excel и Matlab.

Достоверность и обоснованность результатов

Достоверность и обоснованность результатов обусловлена применением современных методов исследования в материаловедении (оптическая и электронная микроскопия, методы механических испытаний, метод акустической эмиссии и методы анализа экспериментальных данных), корректностью постановки задач и обоснованным выбором материалов исследования, достаточным объемом экспериментальных данных и обоснованностью представленных результатов.

Апробация работы

Основные положения и результаты работы докладывались и обсуждались на Всероссийской научно-технической конференции студентов и аспирантов «Научно-техническое творчество аспирантов и студентов» (г. Комсомольск-на-Амуре, 2018, 2019); Всероссийской национальной научной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых «Молодежь и наука: актуальные проблемы фундаментальных и прикладных исследований» (г. Комсомольск-на-Амуре, 2019, 2020, 2022); XXI краевого конкурса молодых ученых и аспирантов, секция «Технические и химические науки» (г. Хабаровск, 2019 г.); международной научно-технической конференции «Современные направления и перспективы развития технологий обработки и оборудования в машиностроении (ICMTMTE 2019, 2022)» (г. Севастополь, 2019 г.); в 14 международной конференции «Films

and Coatings - 2019» (г. Санкт-Петербург, 2019); во Всероссийской конференции с международным участием «Актуальные проблемы метода акустической эмиссии» (г. Санкт-Петербург, 2021); во Всероссийской конференции «Current problems and ways of development of Development of Industry: Equipment and Technologies» (г. Комсомольск-на-Амуре, 2020); Международной конференции «Физическая мезомеханика материалов. Физические принципы формирования многоуровневой структуры и механизмы нелинейного поведения» (г. Томск, 2022).

Публикации

По результатам исследований опубликовано 12 работ, из них 1 публикация в издании, входящем в перечень изданий, рекомендованных ВАК РФ, 3 публикации в изданиях, входящих в перечни Web of Science или Scopus, патент на изобретение и свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ.

Соответствие диссертации паспорту специальности:

Диссертационная работа по своим целям, задачам, содержанию, методам исследования, научной новизне и практической значимости соответствует паспорту специальности 2.6.17. Материаловедение (технические науки) по следующим пунктам:

1. Разработка новых металлических, неметаллических и композиционных материалов, в том числе капиллярно-пористых, с заданным комплексом свойств путем установления фундаментальных закономерностей влияния дисперсности, состава, структуры, технологии, а также эксплуатационных и иных факторов на функциональные свойства материалов. Теоретические и экспериментальные исследования фундаментальных связей состава и структуры металлических, неметаллических материалов и композитов с комплексом физико-механических и эксплуатационных свойств с целью обеспечения надежности и долговечности деталей, изделий, машин и конструкций (химической, нефтехимической, энергетической, машиностроительной, легкой, текстильной, строительной);

5. Установление закономерностей и критериев оценки разрушения материалов от действия механических нагрузок и внешней среды;

11. Разработка покрытий различного назначения (упрочняющих, износостойких и других) и методов управления их качеством.

Связь работы с крупными научными программами и темами:

Диссертационная работа выполнена при финансовой поддержке грантов:

1. Грант Президента РФ для государственной поддержки ведущих научных школ РФ, НШ № 452.2022.4.

2. Heilongjiang Provincial Key Research and Development Program Guidance, проект № G2022011006.

Личный вклад автора

Личный вклад автора заключается в постановке задач исследований, проведении экспериментальных исследований и их анализе, подготовке публикаций и формировании выводов по работе.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность научных исследований, сформулирована цель и определены задачи работы, показана научная новизна, практическая и теоретическая значимость и апробация полученных результатов.

В первой главе приведен анализ современного состояния видов покрытий и способов их нанесения, включая технологию микродугового оксидирования, и способов применения АЭ для регистрации повреждений в материалах с упрочнёнными покрытиями. На основании анализа современного состояния технологии МДО и способов применения АЭ изложена

цель работы, сформулированы основные задачи исследования, необходимость выполнения экспериментальных исследований. Выявлено отсутствие систематизированных данных, позволяющих установить связь заданных режимов МДО с параметрами и морфологией получаемых оксидных покрытий.

Во второй главе приведено описание материалов, разработан план эксперимента и приведены методики выполнения исследований. При выполнении диссертационной работы использовались как общепринятые методики структурного анализа полученных МДО покрытий, определения механических свойств материалов с покрытиями, так и методики, разработанные на кафедре «Материаловедение и технология новых материалов» в рамках выполнения исследований по теме диссертации.

Исследования были разделены на три последовательно выполняемые и связанные между собой части:

- исследование технологии МДО и параметров полученных оксидных покрытий при различных режимах оксидирования;
- разработка методики управления качеством оксидных покрытий при использовании мониторинга процесса МДО с применением метода АЭ;
- исследование особенностей деформации и разрушения алюминиевых сплавов с оксидными покрытиями и анализ влияния параметров МДО покрытий на поведение алюминиевых сплавов в условиях статического и циклического механического нагружения.

Первая часть исследований была направлена на установление зависимости морфологии и параметров оксидных покрытий, сформированных на алюминиевых сплавах в условиях различных технологических режимов МДО. Для этого было выполнено планирование и проведение многофакторного эксперимента, граничными условиями которого являлись результаты предварительных исследований по выбору электролита и определению информативных параметров оксидирования, в качестве которых были выбраны толщина δ и шероховатость R_a поверхности сформированного покрытия, как одни из наиболее значимых эксплуатационных параметров.

Покрытия формировались на алюминиевом сплаве Д16АТ, плакированном чистым алюминием, в щелочном электролите по заданным параметрам плотности тока i и времени обработки t . Для поддержания постоянной температуры электролита в процессе оксидирования использовалось термостатирование.

Оксидирование было выполнено с ограничением максимальной плотности тока i . Заданные параметры режимов МДО приведены в таблице 1.

Таблица 1. Режимы МДО, заданные при многофакторном эксперименте

| Фактор | Образцы (обозначение серии образцов в эксперименте) | | | | | | | | |
|--|---|-----|------|-----|-----|------|-----|-----|------|
| | D1 | D20 | D10 | D11 | D5 | D19 | D12 | D21 | D9 |
| Плотность тока i , А/дм ² | 22 | | | 48 | | | 74 | | |
| Время обработки t , с | 180 | 900 | 1620 | 180 | 900 | 1620 | 180 | 900 | 1620 |

После оксидирования проводили анализ поверхности, толщины и шероховатости покрытий. Исследование поверхности выполнялось на сканирующем электронном микроскопе (СЭМ) Hitachi S3400N в двух режимах: в режиме вторичных электронов (SE) для наблюдения каналов, образованных в результате МДО, и в режиме обратно-рассеянных электронов (BSE) для изучения рельефа поверхности. Толщина покрытий δ определялась также на электронном микроскопе после приготовления поперечных шлифов. Шероховатость R_a измерялась портативным измерителем шероховатости TR200.

На основании решения линейных регрессионных уравнений были получены зависимости параметров оксидного покрытия δ и R_a от факторов, определяемых режимами МДО (i , t), которые позволяют в последующем определить режимы МДО для получения заданных параметров покрытия.

Вторая часть исследований была направлена на поиск возможности контроля параметров формируемого оксидного покрытия в реальном времени. Для этого было предложено применение метода АЭ как эффективного метода онлайн мониторинга технологических процессов. Преобразователь акустической эмиссии (ПАЭ) устанавливался на образце и регистрировал АЭ в течение всего эксперимента. В качестве ПАЭ использовался широкополосный датчик GT301. Регистрация АЭ выполнялась на программно-аппаратном комплексе AE-Pro2.0, разработанном в кафедре «Новые материалы и технологии» КнАГУ.

Проведенный в данной части исследований факторный эксперимент позволил применить методику линейного регрессионного анализа для установления зависимости значений параметров формируемого оксидного покрытия от режимов МДО.

Третья часть исследований была направлена на установление влияния МДО покрытий на особенности зарождения и развития повреждений в алюминиевом сплаве под действием механических нагрузок. При выполнении второй части исследований были проведены две серии экспериментов, различающихся по виду нагружения.

Первая серия экспериментальных исследований заключалась в испытании на растяжение образцов алюминиевого сплава Д16АТ размерами рабочей части $3 \text{ мм} \times 3 \text{ мм} \times 20 \text{ мм}$ с оксидным покрытием, формируемым в течение 10, 20, 30 и 40 минут. Преобразователь АЭ (ПАЭ) для регистрации АЭ устанавливался на поверхность образца вне его рабочей части.

Вторая серия экспериментальных исследований состояла в проведении циклических испытаний образцов с оксидным покрытием и без покрытия. Образцы изготавливались из листового алюминиевого сплава 1163 толщиной 1,6 мм по форме двойной лопатки с размером рабочей части $1,6 \text{ мм} \times 2 \text{ мм} \times 20 \text{ мм}$. Покрытия наносили по режимам D9 и D10, представленным в таблице 1. Данные образцы имели или наибольшую толщину покрытия, или наибольшее число равномерно распределенных каналов на поверхности покрытия (максимальную пористость). Циклические испытания проводились на лабораторной установке с бесшумным и бесконтактным электромагнитным нагружением при напряжении цикла 220 МПа. В ходе механического испытания одновременно выполнялась регистрация сигналов АЭ с целью исследования стадийности накопления усталостных повреждений и разрушения.

При анализе сигналов АЭ был предложен новый параметр K_{WD} на основе реконструкции вейвлет-разложения сигналов, который позволяет охарактеризовать зарегистрированный сигнал АЭ по частотному признаку, и в совокупности с параметром энергии способен идентифицировать тип источника АЭ.

В третьей главе приведены результаты экспериментальных исследований, направленных на установление зависимости морфологии и параметров формируемого оксидного покрытия от режимов МДО. Исследования влияния плотности тока i и времени оксидирования t было выполнено по методике, описанной в первой части экспериментальных исследований (глава 2). В процессе МДО регистрировали действующее значение импульсного напряжения оксидирования U_d , которое является важным параметром, определяющим характер формирования оксидного покрытия за счет возникновения искровых и микродуговых разрядов на поверхности пассивирующегося

металла. Типовой вид временной зависимости $U_D(t)$ для одного из образцов, оксидированного при плотности тока $i = 48 \text{ А/дм}^2$, приведен на рис. 1.

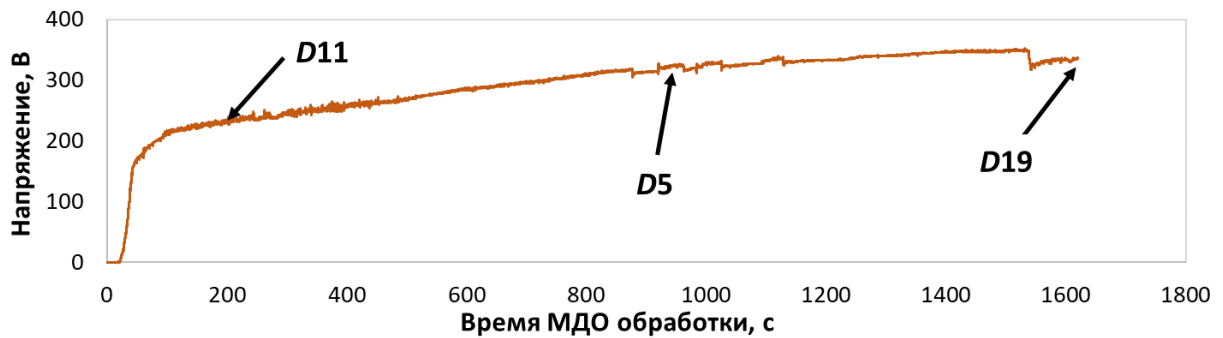


Рис. 1. Диаграмма зависимости напряжения от времени МДО: D11 – при $t = 180 \text{ с}$, D5 – при $t = 900 \text{ с}$, D19 – при $t = 1620 \text{ с}$ (обозначения серии образцов дано согласно таблицы 2).

На рис. 2 приведены СЭМ изображения поверхности МДО покрытий, полученных при плотности тока $i = 48 \text{ А/дм}^2$ и ограниченных по времени, отмеченному на рис. 1.

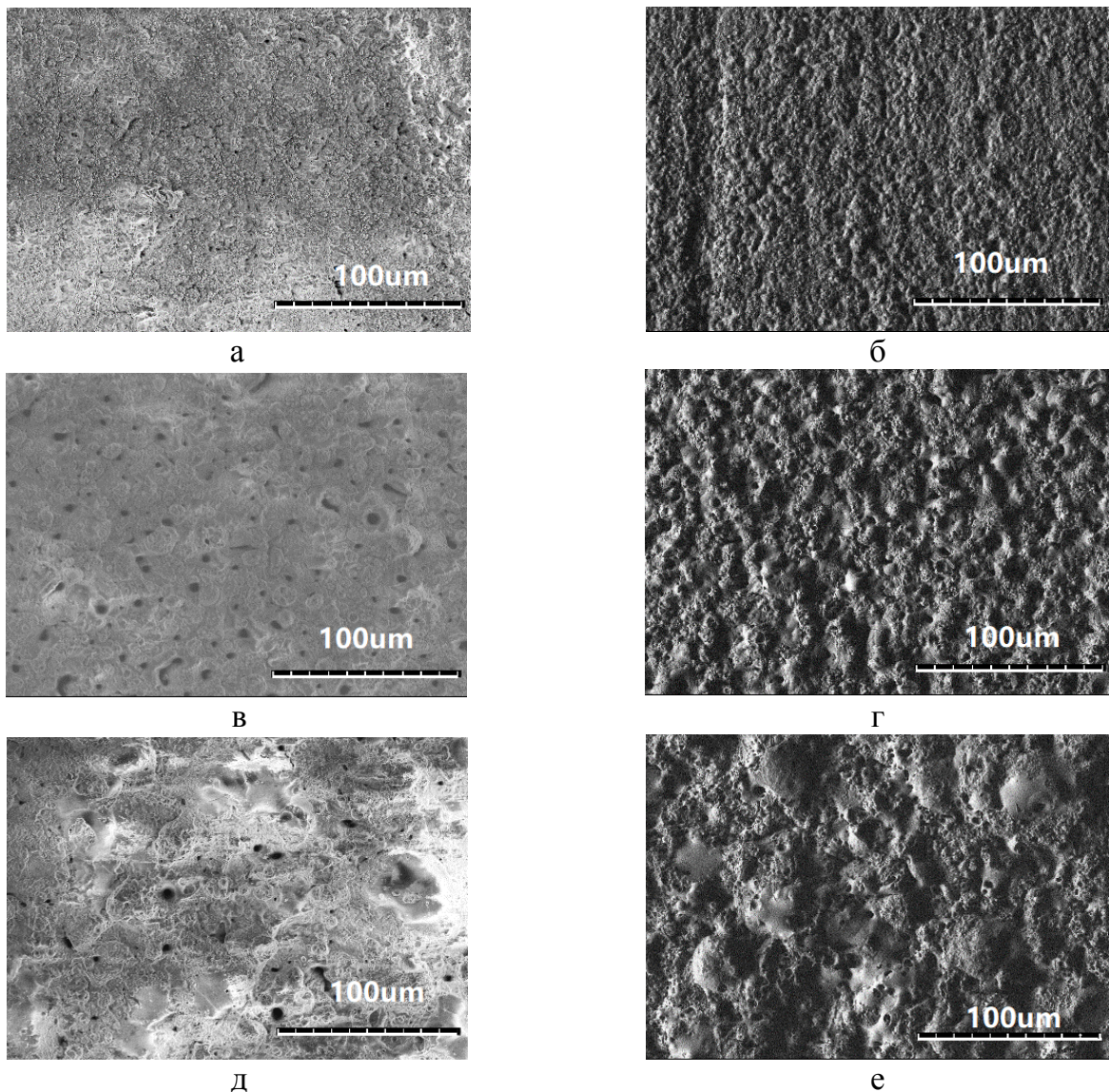


Рис. 2. Морфология поверхности МДО покрытия ($\times 500$), сформированного при плотности тока 48 А/дм^2 , при различном времени оксидирования: а, б – D11 ($t = 180 \text{ с}$); в, г – D5 ($t = 900 \text{ с}$); д, е – D19 ($t = 1620 \text{ с}$).

Равномерность поверхности значительно снижается с увеличением времени обработки (рис. 2). В таблице 2 приведены значения полученных экспериментально параметров покрытия δ и R_a .

Таблица 2. Экспериментальные значения параметров сформированных МДО покрытий

| № образец | | D20 | D10 | D11 | D5 | D19 | D12 | D21 | D9 |
|---------------------------|----------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|
| Параметры МДО покрытия | d , мкм | 5,4 $\pm 0,8$ | 10,1 $\pm 2,1$ | 4,1 $\pm 1,0$ | 12,4 $\pm 2,2$ | 28,4 $\pm 2,7$ | 5,5 $\pm 1,0$ | 24,6 $\pm 2,6$ | 32,1 $\pm 2,7$ |
| | R_a , мкм | 0,77 $\pm 0,08$ | 0,87 $\pm 0,10$ | 0,71 $\pm 0,11$ | 1,33 $\pm 0,22$ | 3,16 $\pm 0,34$ | 0,83 $\pm 0,11$ | 1,84 $\pm 0,25$ | 4,97 $\pm 0,36$ |

Трехмерные графики зависимости параметров δ и R_a от режимов МДО i и t позволяют проанализировать связь и одновременное влияние двух факторов на значения параметров полученных покрытий (рис. 3). На графиках отмечены экспериментальные точки, определяемые режимами МДО.

Из зависимостей рис. 3 видно, что значения δ и R_a не во всем диапазоне имеют одинаковую функцию роста регистрируемого параметра от заданных режимов МДО (i , t). При определенных соотношениях значений i и t существенного изменения параметров δ и R_a не наблюдается. Для установления количественной зависимости параметров оксидного покрытия от заданных факторов МДО был использован анализ данных на основе метода решения уравнений линейной регрессии. По результатам выполненного факторного эксперимента были получены линейные регрессионные уравнения регистрируемых параметров покрытия, которые представлены в формулах 1, 2:

$$\delta = -12,199 + 0,2819 \cdot i + 0,0123 \cdot t, \quad (1)$$

$$R_a = -1,275 + 0,0327 \cdot i + 0,0015 \cdot t. \quad (2)$$

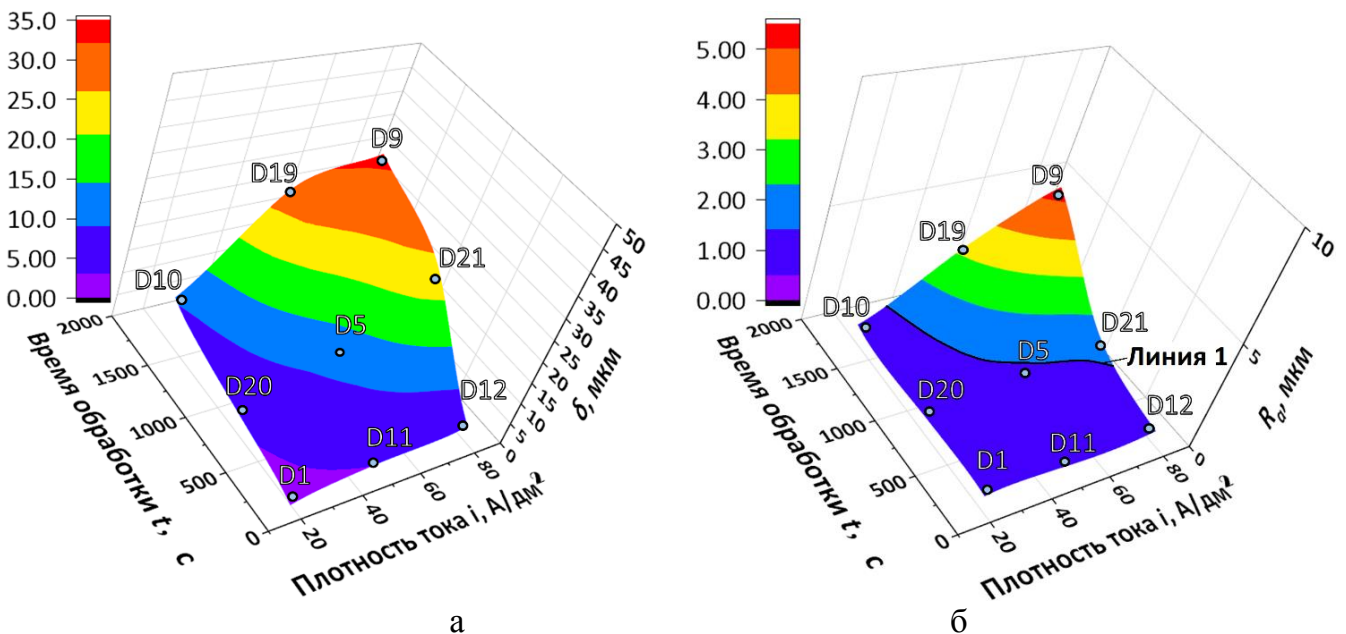


Рис. 3. Трехмерные зависимости параметров МДО покрытий от заданных параметров режимов МДО: а – зависимость δ (i , t); б – зависимость R_a (i , t)

В таблице 3 приведены значения параметров покрытия δ и R_a , рассчитанных в результате решения уравнений линейной регрессии.

Таблица 3. Рассчитанные значения параметров МДО покрытия

| № образец | | D20 | D10 | D11 | D5 | D19 | D12 | D21 | D9 |
|-------------------------------------|-------------|------|-------|------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Рассчитанные параметры МДО покрытия | d , мкм | 6,33 | 16,20 | 3,80 | 13,67 | 23,53 | 11,41 | 21,27 | 31,14 |
| | R_a , мкм | 0,79 | 1,87 | 0,56 | 1,64 | 2,72 | 1,45 | 2,53 | 3,61 |

С практической точки зрения в качестве оценки достоверности использования линейной регрессионной модели информативным графиком может являться зависимость между «экспериментальными» и «расчётными» значениями параметров оксидных покрытий (рис. 4).

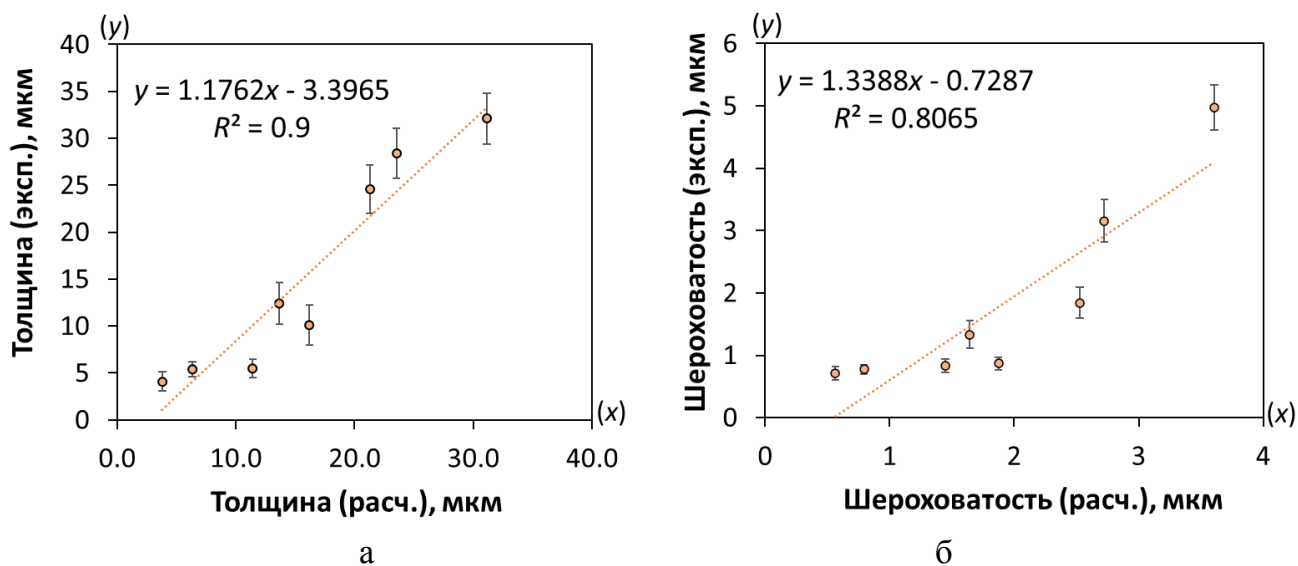


Рис. 4. График, устанавливающий отклонение между расчетными и экспериментальными значениями параметров МДО покрытия:

а – толщина покрытия δ ; б – шероховатость покрытия R_a

В результате анализа зависимости установлено, что достоверность линейной аппроксимации между «расчётными» и «экспериментальными» значениями шероховатости R_a ниже, чем данная зависимость для толщины покрытия δ , в связи с тем, что низкие значения шероховатости определяются наследственным состоянием поверхности, которое зависит от исходного качества полировки образца.

В четвертой главе приведены результаты исследования, направленные на поиск информативного параметра, позволяющего повысить достоверность определения значений параметров покрытия, полученных при решении регрессионных уравнений. Для решения данной задачи были проведены исследования влияния режимов оксидирования на характер изменения параметров сигналов АЭ в процессе МДО.

Оксидирование выполнялось на алюминиевом сплаве Д16АТ с одновременной регистрацией АЭ на режимах, приведенных в таб. 2. В результате анализа параметров АЭ было установлено, что в зависимости от режимов оксидирования наблюдается несколько циклов увеличения и последующего снижения амплитуды сигналов АЭ (рис. 5). При этом, период изменения амплитуды АЭ тем больше, чем меньше плотность тока оксидирования.

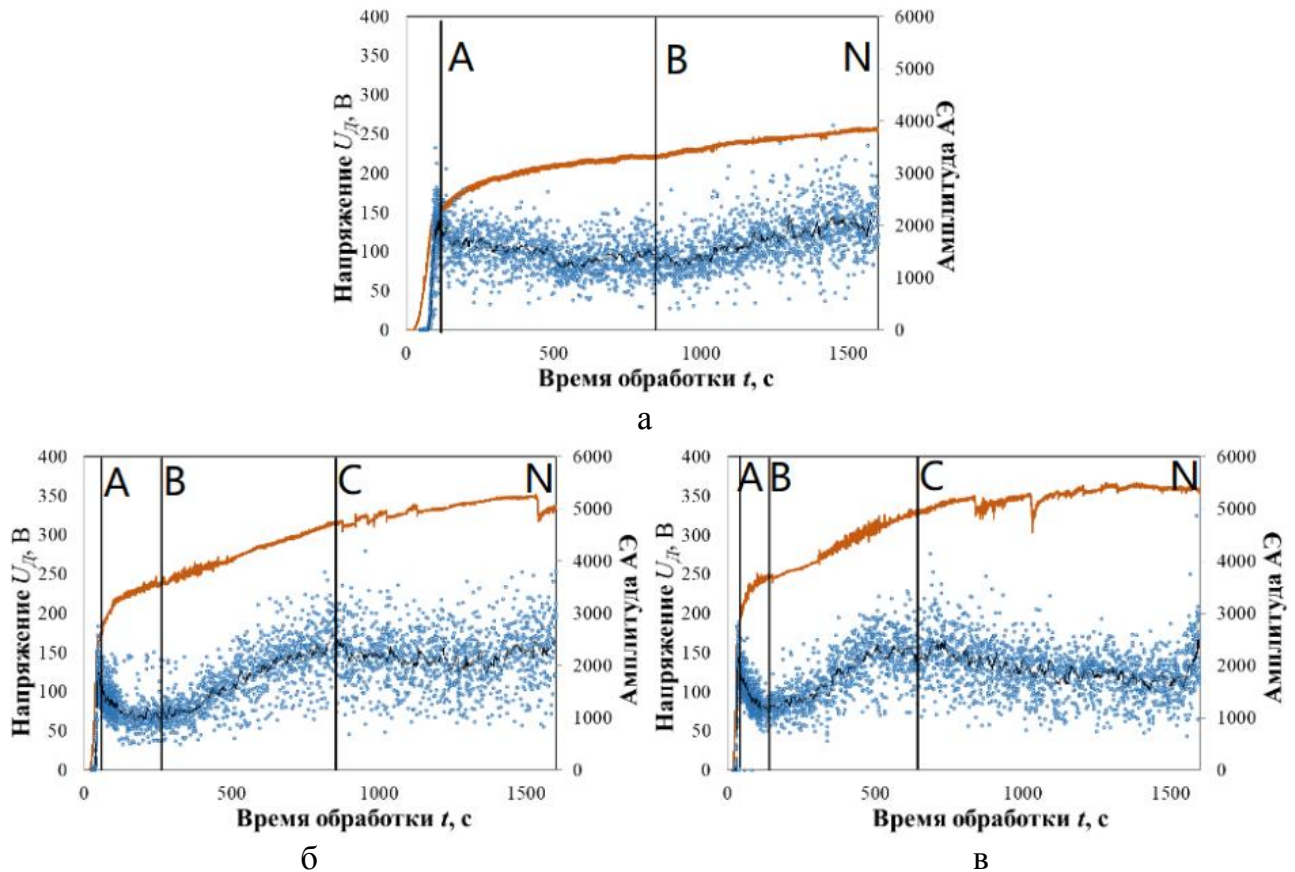


Рис. 5. Диаграммы временных зависимостей амплитуды АЭ и напряжения оксидирования, регистрируемых в процессе МДО:
а – образец D10; б – образец D19; в – образец D9

Процесс изменения амплитуды сигналов АЭ можно разделить на 4 стадии. Границы стадий обозначены буквами и сопоставлены с изменением во времени действующего значения регистрируемого напряжения $U_{\text{д}}$.

Значения периодов времени AN , BN и CN определяются с момента окончания каждой из стадий OA , AB и BC и до завершения процесса МДО. Данные периоды времени были обозначены как P_1 , P_2 и P_3 и использованы как дополнительный исходный параметр, определяющий процесс оксидирования (таблица 4).

Таблица 4. Значения дополнительного параметра многофакторного эксперимента, определяемого режимами МДО

| Параметр оксидирования | Режим МДО | | | | | | | | |
|------------------------|----------------|-----------------|-----------------|----------------|-----------------|------------------|----------------|-----------------|------------------|
| | D1 | D20 | D10 | D11 | D5 | D19 | D12 | D21 | D9 |
| $AN (P_1), \text{с}$ | 109 ± 5 | 808 ± 7 | 1515 ± 8 | 135 ± 7 | 859 ± 6 | 1575 ± 5 | 151 ± 7 | 868 ± 8 | 1587 ± 5 |
| $BN (P_2), \text{с}$ | — | 400 ± 15 | 690 20 | — | 700 ± 18 | 1394 ± 16 | 46 ± 10 | 768 ± 14 | 1479 ± 14 |
| $CN (P_3), \text{с}$ | — | — | — | — | 70 ± 23 | 795 ± 20 | — | 258 ± 18 | 984 ± 21 |

Уравнения линейной регрессии при расчете значений параметров покрытия с использованием фактора P_1 имеют вид:

$$\delta = 11,922 + 0,018 \cdot i - 0,2267 \cdot t + 0,2426 \cdot P_1, \quad (4)$$

$$R_a = 2,3277 - 0,0067 \cdot i - 0,0344 \cdot t + 0,0362 \cdot P_1, \quad (5)$$

с использованием фактора P_2 имеют вид:

$$\delta = -7,8397 + 0,1834 \cdot i + 0,0014 \cdot t + 0,0174 \cdot P_2, \quad (6)$$

$$R_a = -1,2374 - 0,0229 \cdot i + 0,00000955 \cdot t + 0,0026 \cdot P_2, \quad (7)$$

с использованием фактора P_3 имеют вид:

$$\delta = -0,0001 + 60,3825 \cdot i + 8,5813 \cdot t - 8,5 \cdot P_3, \quad (8)$$

$$R_a = 1528,2181 - 9,1459 \cdot i - 1,31 \cdot t + 1,3 \cdot P_3. \quad (9)$$

С практической точки зрения зависимости между «экспериментальными» и «расчётными» значениями параметров оксидных покрытий были построены в качестве оценки достоверности использования метода АЭ для контроля параметров формируемых оксидных покрытий в процессе МДО.

На рис. 6-8 представлены графики, связывающие зависимость между «экспериментальными» и «расчётными» значениями параметров МДО при использовании дополнительного параметра P_n в регрессионном расчете.

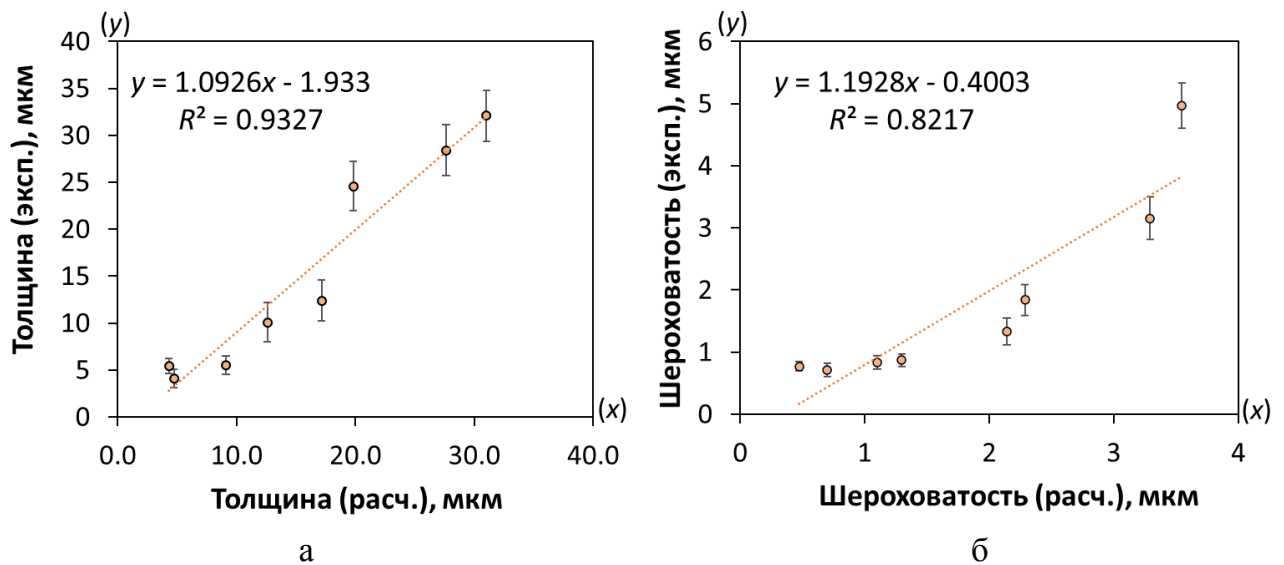


Рис. 6. Зависимости между «экспериментальными» и «расчётными» значениями толщины δ (а) и шероховатости R_a (б) покрытий при использовании дополнительного параметра P_1

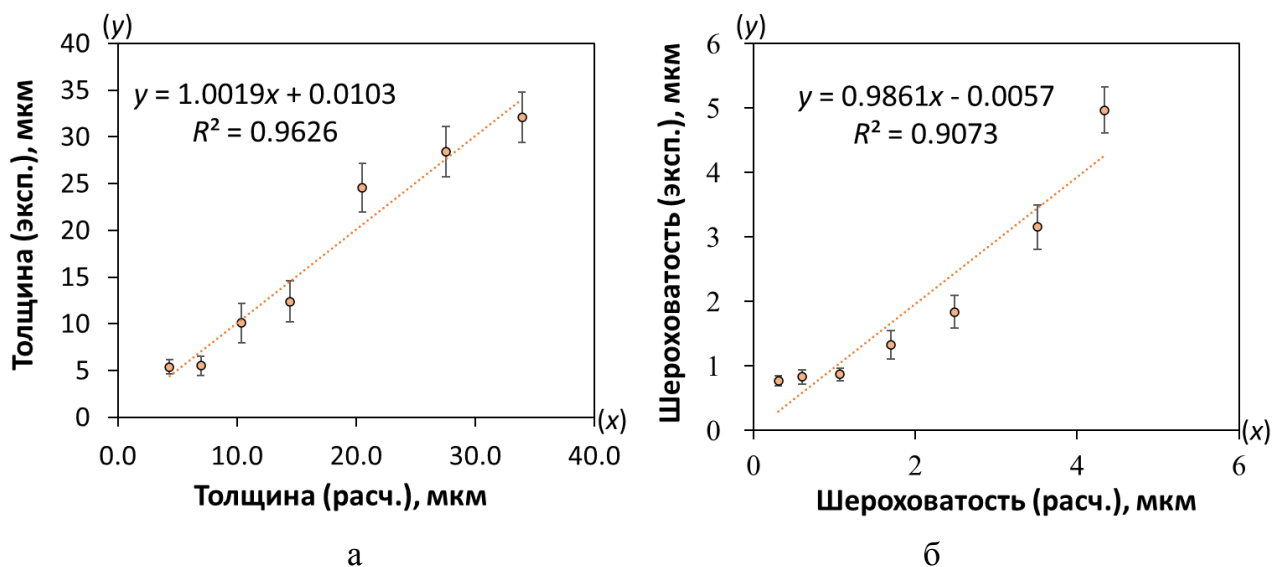


Рис. 7. Зависимости между «экспериментальными» и «расчётными» значениями толщины δ (а) и шероховатости R_a (б) покрытий при использовании дополнительного параметра P_2

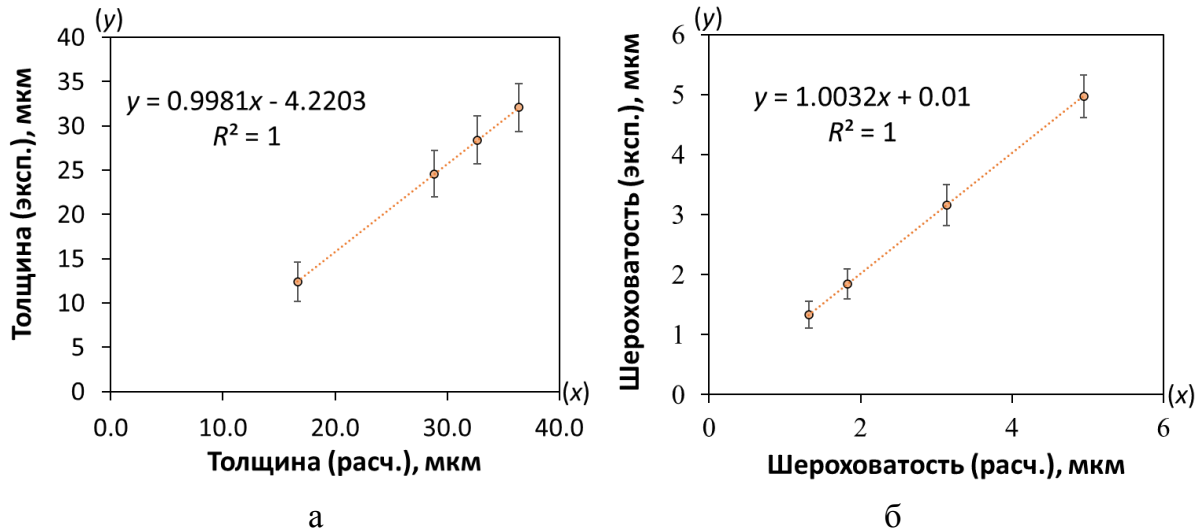


Рис. 8. Зависимости между «экспериментальными» и «расчетными» значениями толщины δ (а) и шероховатости R_a (б) покрытий при использовании дополнительного параметра P_3

Результаты линейной регрессии по фактору P_1 имеют достаточно невысокие значения достоверности линейной аппроксимации $R^2 = 0,9327$ (для толщины δ) и $R^2 = 0,8217$ (для шероховатости R_a) с экспериментальными значениями (рис. 6). В сравнении с фактором P_1 , период времени, определяемый фактором P_2 , сдвигается вправо по оси времени. Следует отметить, что фактор P_1 , определяемый начальной стадией обработки, включает в себя не только период МДО, но и период достижения образцом потенциала пассивации, в течение которого не происходит устойчивого роста оксидного покрытия. Этим объясняется повышение достоверности аппроксимации зависимости между «экспериментальными» и «расчетными» значениями параметров покрытий при использовании параметра P_2 в сравнении с P_1 (рис. 7). Используя время достижения стадии P_3 как дополнительный фактор при решении уравнений линейной регрессии, как показано на рис. 8, между значениями расчетных и экспериментальных данных определения толщины и шероховатости покрытия можно достигнуть достоверности аппроксимации, равной 1.

Повышение амплитуды сигналов АЭ на стадии BC , очевидно, связано с ростом диаметра пор, вызванным увеличением энергии импульсов в результате искрения. Дальнейшее увеличение толщины покрытия на стадии CN в условиях ограничения плотности тока приводит в начальный период времени к уменьшению числа каналов пробоя, являющихся на данной стадии очагами микродуговых разрядов, и, как следствие, к некоторому снижению амплитуды регистрируемых сигналов АЭ. Таким образом, на стадии CN происходит наиболее стабильный рост покрытия, при этом сопровождающийся не только приращением толщины, но и шероховатости.

В пятой главе приведены результаты исследования влияния параметров оксидных покрытий, сформированных в процессе МДО, на особенности накопления повреждений и разрушения алюминиевых сплавов в условиях статического и циклического нагружения.

В результате оксидирования с периодом микродугового воздействия 10, 20, 30 и 40 мин на образцах для испытания на растяжение образовался оксидный слой с различной толщиной и морфологией. На рис. 9 приведены микроструктуры, поперечных сечений образцов с различным временем микродугового воздействия после механического испытания.

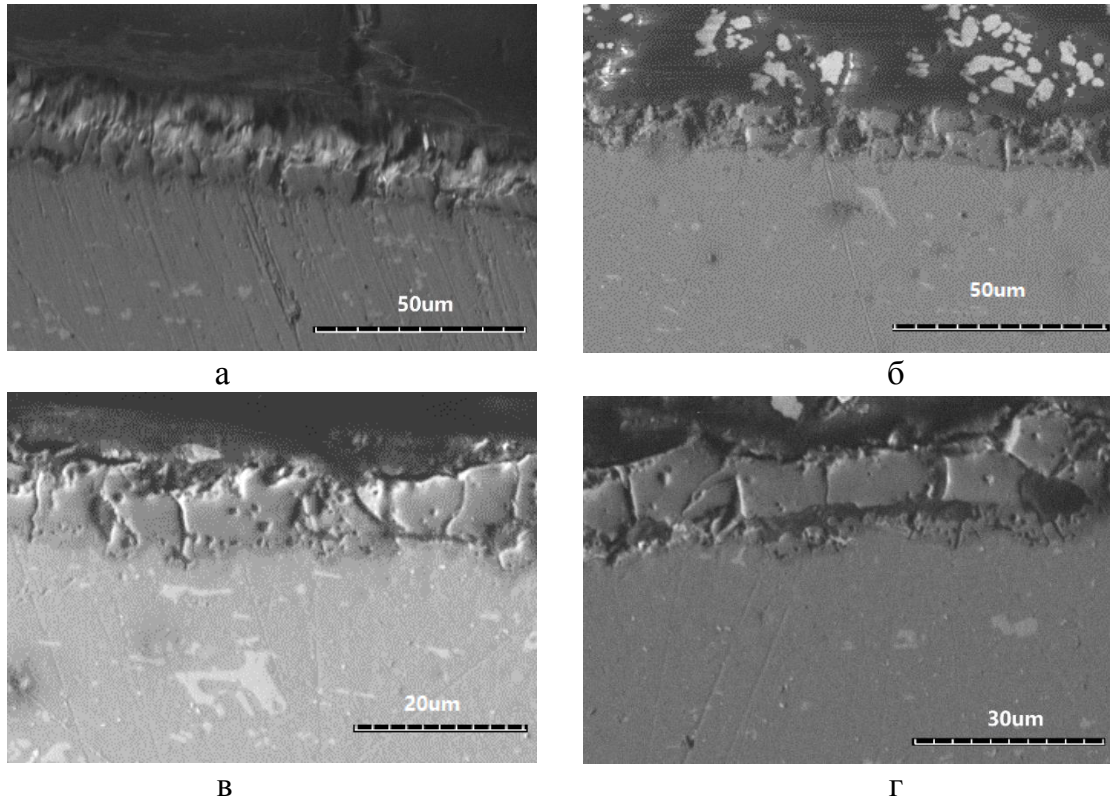


Рис. 9. Микроструктура оксидного покрытия, сформированного при различном времени МДО:

а – 10 мин ($\times 1000$); б – 20 мин ($\times 1000$); в – 30 мин ($\times 2000$); г – 40 мин ($\times 1500$)

На микроструктурах видно, что покрытия, нанесенные в течение 30 и 40 мин, имеют более высокую равномерность по толщине и сплошность. Существенных отличий по механическим свойствам образцов для исследуемых толщин покрытий отмечено не было. Кроме того, по результатам анализа накопления числа и энергии сигналов АЭ (рис. 10), зарегистрированных при механических испытаниях, для образцов с различным временем оксидирования отмечено значительное отличие численных значений параметров АЭ на разных стадиях деформации.

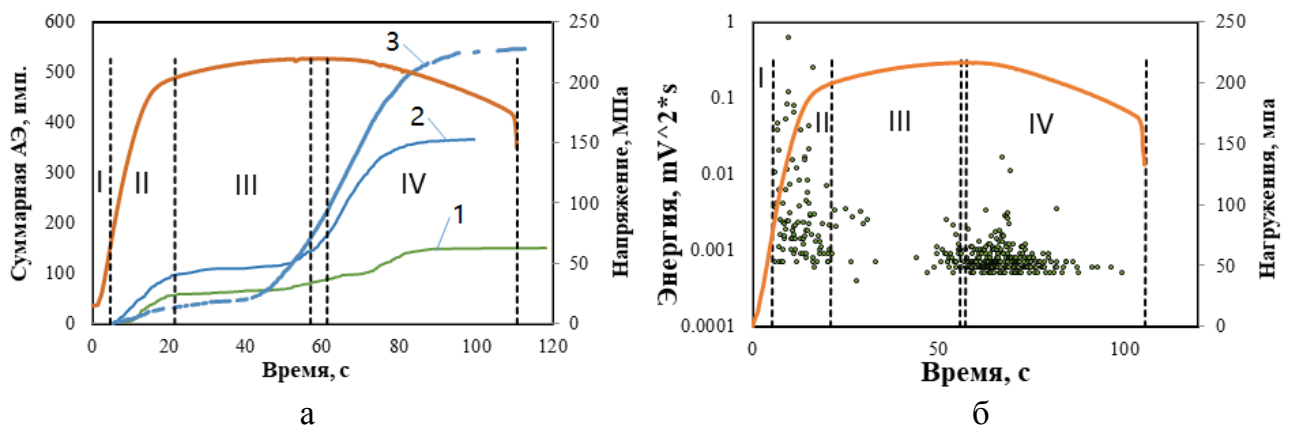


Рис. 10. Диаграмма деформации с графиками накопления сигналов АЭ во времени (а), зарегистрированными для образцов с различным временем микродугового воздействия: 1 – 20 мин; 2 – 30 мин; 3 – 40 мин и диаграмма энергии сигналов АЭ во времени для образца с временем оксидирования 40 мин (б).

По диаграмме, представленной на рис. 10 (а) можно видеть увеличение суммарного накопления сигналов АЭ по мере увеличения времени оксидирования, начиная со стадии начала пластической деформации (II). Наиболее активный рост числа сигналов АЭ для образцов со временем оксидирования 30 и 40 мин наблюдается на стадии локализации деформации (IV), сопровождающейся образованием шейки.

Несовместимость деформации пластичной подложки и твердого оксидного покрытия приводит к растрескиванию покрытия уже на стадии начала пластической деформации II, что сопровождается существенности ростом значений энергии регистрируемых сигналов АЭ. Преимущественная пластическая деформация вновь образованных после растрескивания поверхностей приводит к снижению энергии сигналов АЭ на стадии IV. Повышение скорости локальной деформации на данной стадии сопровождается ростом активности АЭ.

Для исследования влияния МДО покрытия на поведение деформации и накопление повреждения при испытании на усталость были выбраны образцы с оксидным покрытием и без покрытия, наносимым по представленным режимам D9 и D10 в таблице 2. Свойства полученных оксидных покрытий представлены в таблице 3, а морфология поверхности показана в рис.11.

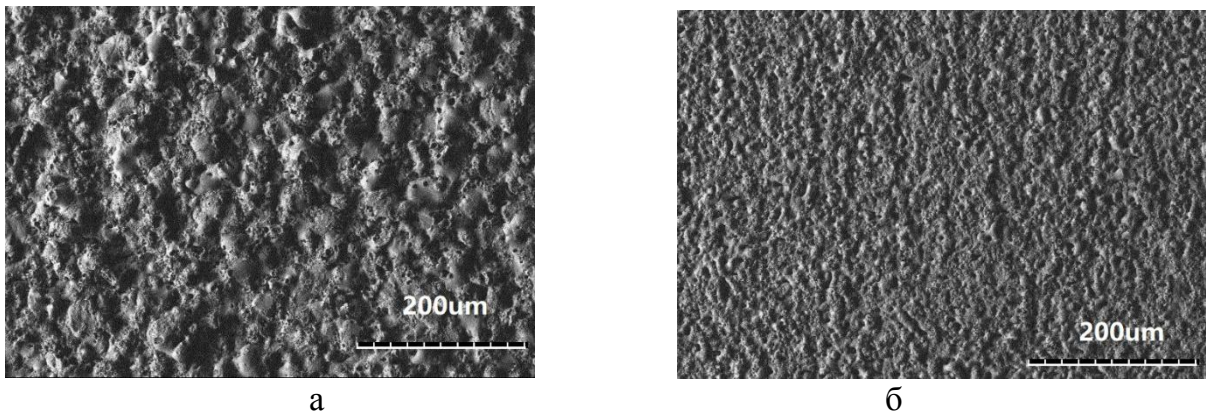


Рис. 11. СЭМ-изображения микроструктуры поверхности МДО покрытий ($\times 200$):
а – сформированного по режиму D9; б – сформированного по режиму D10

Число пор в покрытии образца, сформированном по режиму D10, на порядок больше количества пор в покрытии, полученном по режиму D9 (рис. 11), а изменение шероховатости противоположно приведенной зависимости (таб. 3).

При анализе сигналов АЭ, регистрируемых при циклических испытаниях, был разработан параметр АЭ на основе вейвлета-разложения, рассчитываемый по формуле:

$$K_{WD} = \log \sum_{i=1}^N S_i (2\{\sum_k h(t - 2k) A_{j+1}[f(t) + \sum_k g(2t - k) D_{j+1}[f(t)]]\}), \quad (3)$$

где t – номер временного ряда;

$f(t)$ – исходный сигнал;

j – номер уровней вейвлет-разложения;

A_j – вейвлет-коэффициенты $f(t)$ в низкочастотной части j -го уровня;

D_j – вейвлет-коэффициенты $f(t)$ в высокочастотной части j -го уровня;

h, g – фильтры реконструкции вейвлета во временной области.

Параметр K_{WD} позволяет охарактеризовать зарегистрированный сигнал АЭ по частотному признаку и в совокупности с параметром энергии АЭ сигнала идентифицировать тип источника АЭ. Сигналы АЭ, зарегистрированные при усталостном разрушении алюминиевого сплава марки 1163, классифицированы по группам с использованием корреляции между параметром K_{WD} и энергией сигналов АЭ (рис. 12).

Сигналы неравномерно распределены по линии тренда и четко сгруппированы в три группы. В таблице 5 приведены основные диапазоны параметров сигналов каждой из групп.

В соответствии с изменяющимися значениями параметра K_{WD} процесс усталостного испытания образцов без покрытия и с покрытием разделен на три стадии (рис. 13-15).

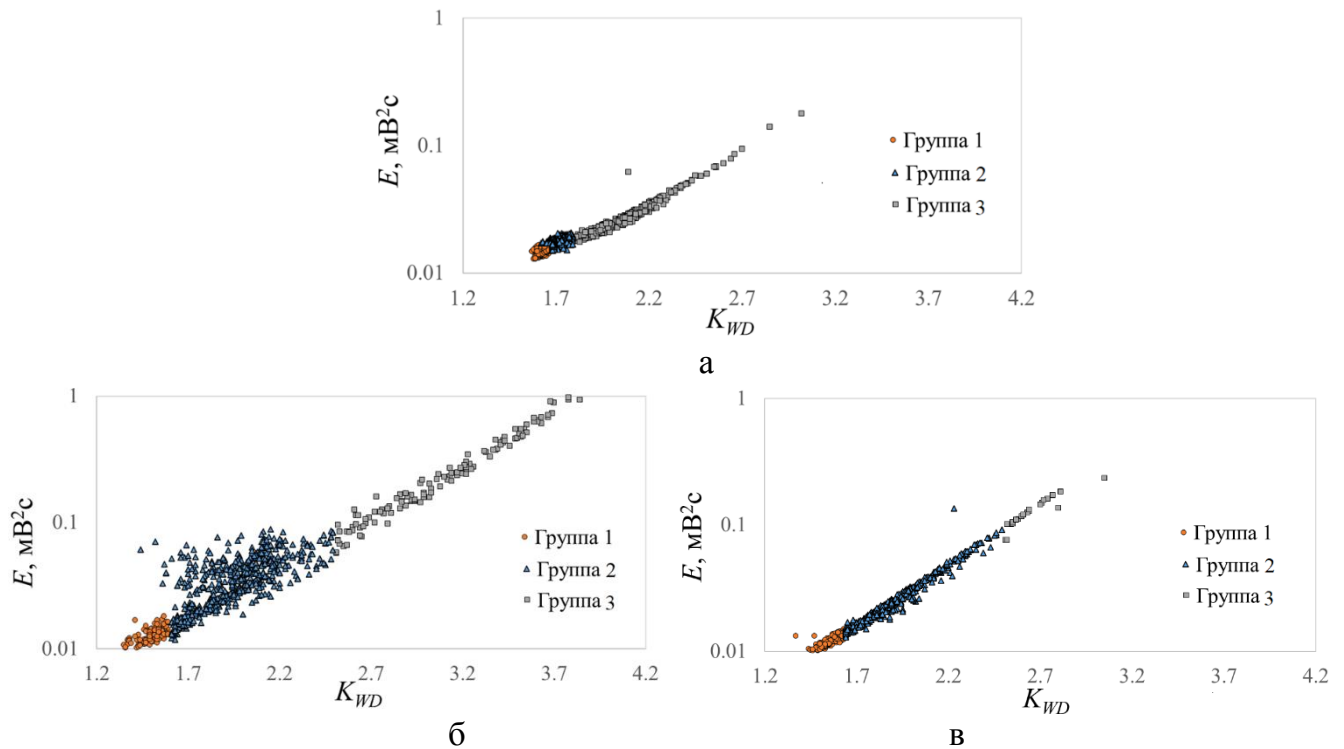


Рис. 12. Двухпараметрическое распределение параметров сигналов АЭ $E - K_{WD}$ при циклических испытаниях:

а – без покрытия; б – с покрытием по режиме D9; в – с покрытием по режиме D10.

Для всех исследованных образцов разделение циклического испытания на стадии усталости было основано на анализе активности проявления определенной группы сигналов АЭ, классифицированных по приведенным выше критериям $E-K_{WD}$, характеризующим изменение механизма структурного повреждения материала.

Таблица 5. Основные диапазоны параметров сигналов каждой группы

| Образец | Группы | Критерий классификации по параметру: | |
|---------------------------------------|--------|--------------------------------------|------------|
| | | E, mV^2*s | K_{WD} |
| Без покрытия | 1 | 0,013 – 0,017 | 1,3 – 1,68 |
| | 2 | 0,017 – 0,02 | 1,68 – 1,9 |
| | 3 | 0,02 – 0,2 | 1,9 – 2,5 |
| С покрытием, полученным по режиму D9 | 1 | 0,013 – 0,02 | 1,3 – 1,65 |
| | 2 | 0,01 – 0,1 | 1,65 – 2,5 |
| | 3 | 0,05 – 2,00 | 2,5 – 5,0 |
| С покрытием, полученным по режиму D10 | 1 | 0,013 – 0,018 | 1,3 – 1,65 |
| | 2 | 0,015 – 0,025 | 1,65 – 2,5 |
| | 3 | 0,02 – 0,2 | 2,5 – 5,0 |

На стадии I наблюдается увеличение девиации значений параметра K_{WD} сигналов групп 1 и 2 для образцов режима D9 (рис. 14).

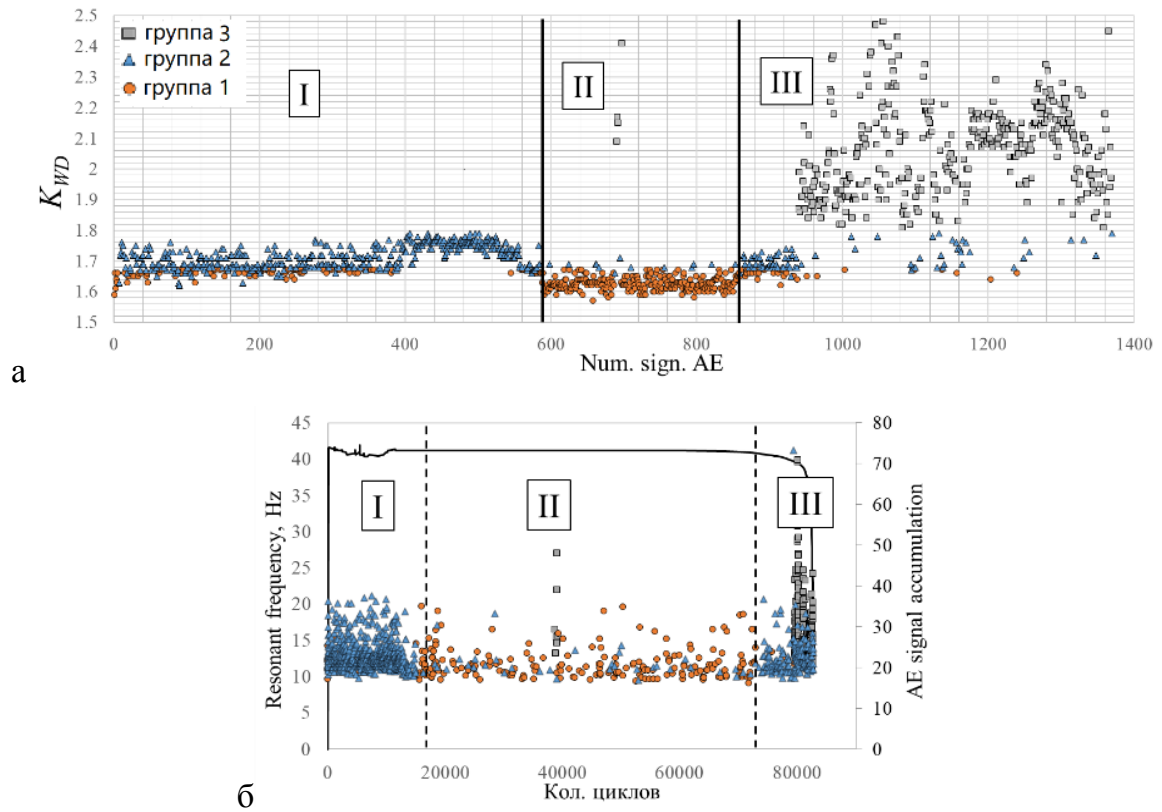


Рис. 13. Распределение параметра K_{WD} в соответствии с последовательностью сигналов АЭ (а) и распределение амплитуды сигналов АЭ от числа циклов (б) при усталостном испытании образцов без покрытия

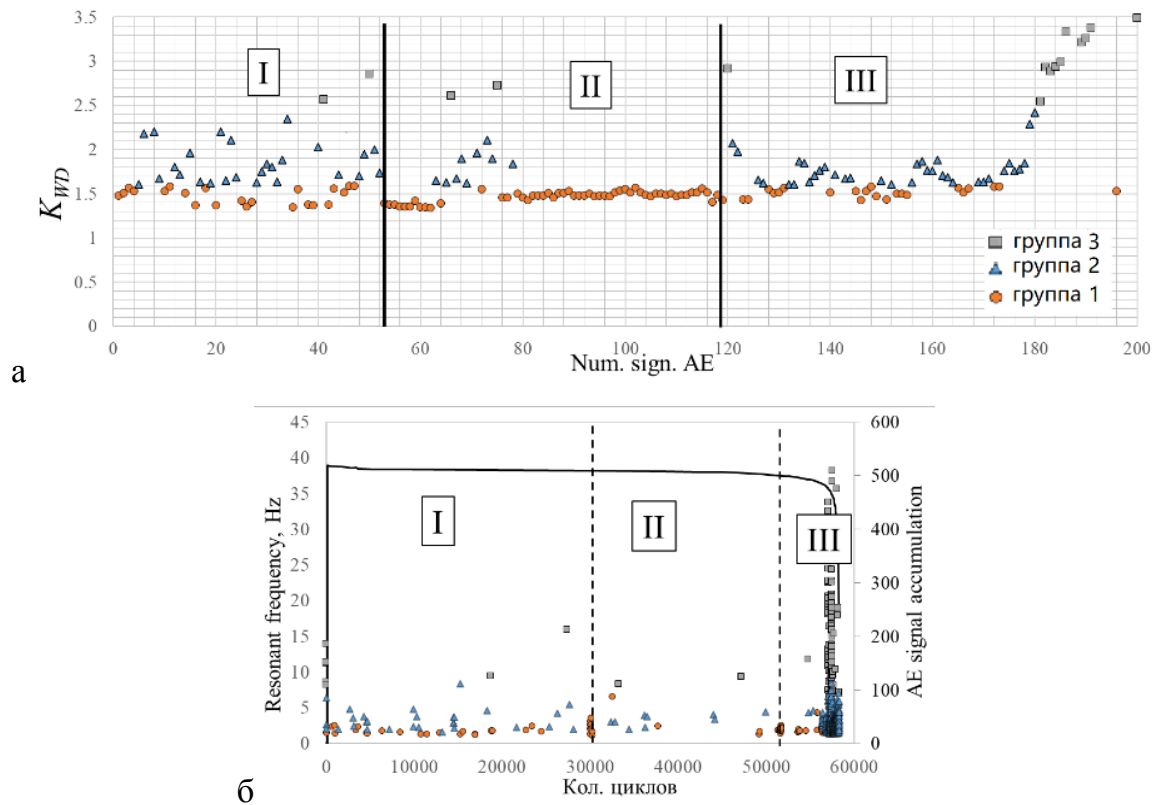


Рис. 14. Распределение параметра K_{WD} в соответствии с последовательностью сигналов АЭ (а) и распределение амплитуды сигналов АЭ от числа циклов (б) при усталостном испытании образцов с МДО покрытием, сформированным по режиму D9

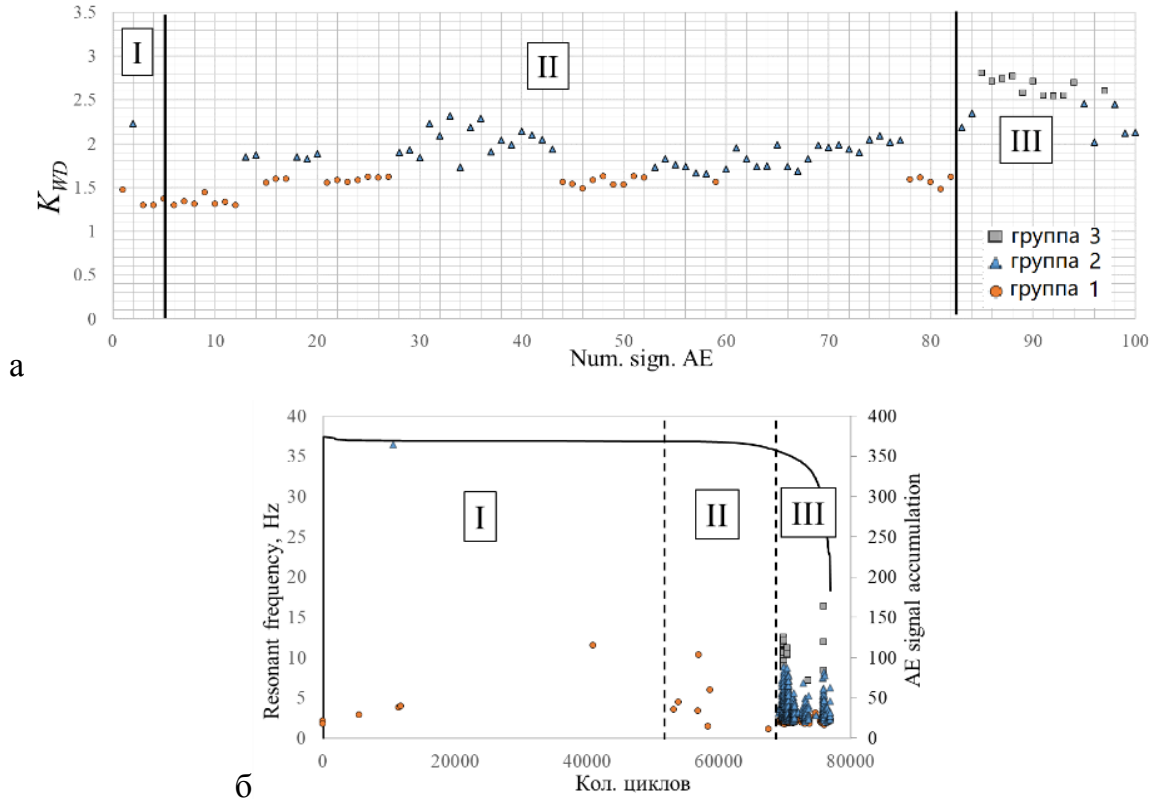


Рис. 15. Распределение параметра K_{WD} в соответствии с последовательностью сигналов АЭ (а) и распределение амплитуды сигналов АЭ от числа циклов (б) при усталостном испытании образцов с МДО покрытием, сформированным по режиму D10.

Высокое значение шероховатости покрытия обеспечивает благоприятные исходные дефекты для зарождения микротрещин, характеризующихся сигналами группы 2. Регистрация сигналов группы 1 на стадии I обусловлена продолжающимся развитием в оксидном покрытии трещин, образовавшихся при микровзрывах в процессе формирования МДО покрытия.

Пористая структура поверхности образца, полученного по режиму D10, не имеет видимых микротрещин и имеет более гладкую поверхность в сравнении с образцом D9 (рис. 11). Критерием выделения стадии I является достижение момента непрерывной регистрации только сигналов группы 1. Стадия I составляет основную часть усталостной долговечности образца D10 (рис. 15). Наличие на стадии I лишь единичных сигналов групп 1 и 2 позволяет сделать вывод о том, что достаточно высокая сплошность и равномерность оксидного покрытия обеспечивает сдерживание образования и роста поверхностных микротрещин в отличие от покрытия, содержащего крупные поры. Кроме того, в течение определенного периода в подложке не могут возбудиться упругие волны с амплитудой выше порога чувствительности регистрирующей аппаратуры из-за наличия твердого покрытия, сдерживающего пластическую деформацию.

Стадия III начинается со смешанной регистрации сигналов групп 1 и 2 в начале стадии и групп 2 и 3 в конце стадии. При этом общее число сигналов АЭ регистрируемых при испытании образцов без покрытия (рис. 13), значительно превышает число сигналов в образцах с покрытием. Тенденция снижения резонансной частоты на данной стадии позволяет сделать вывод о начале роста магистральной трещины. Таким образом, появление сигналов группы 3 на стадии III может характеризовать развитие магистральной трещины в

материале вне зависимости от наличия или отсутствия твердого оксидного покрытия и его морфологии.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Установлена закономерность между факторами, определяющими режимы оксидирования с учетом времени обработки и плотности тока, и такими параметрами покрытия, как толщина и шероховатость, формируемыми на алюминиевых сплавах Д16АТ и 1163. При увеличении толщины оксидных покрытий происходит увеличение шероховатости, что связано с образованием локальных интенсивных микродуговых разрядов и образованием расплавленных оксидов, неоднородно распределенных по поверхности оксидируемого материала.

2. Предложена методика контроля толщины и шероховатости оксидного покрытия, формируемого на алюминиевых сплавах на основе использования регистрируемой амплитуды акустической эмиссии в процессе микродугового оксидирования. Точность определения толщины оксидного покрытия повышается от 0,90 до 0,93, а шероховатости – от 0,80 до 0,82 при использовании этой методики. Дополнительное повышение точности до максимального значения 1,0 достигается путем смещения начала расчетного периода к моменту, характеризующемуся снижением амплитуды сигналов акустической эмиссии, что происходит в результате уменьшения числа каналов пробоя.

3. Структурные исследования показали, что прямая зависимость шероховатости оксидного покрытия и толщины при заданном режиме ограничения плотности тока оксидирования связана с уменьшением числа каналов электрического пробоя и увеличением энергии микродуговых разрядов. Это приводит к образованию на поверхности покрытия обширных выплесков расплавленных оксидов, перекрывающих существующие каналы.

4. Ключевой причиной, определяющей механические свойства алюминиевых сплавов в условиях циклических нагрузок при наличии МДО покрытия на поверхности алюминиевых сплавов, является изменение механизма пластической деформации и роста усталостных трещин, обусловленное различием в свойствах покрытия и подложки, а также сплошности оксидного покрытия, сформированного на металлической подложке. Предложены критерии оценки поврежденности и прогнозирования разрушения на ранних стадиях усталостного разрушения алюминиевых сплавов с оксидным покрытием в условиях циклических нагрузок на основе разработанного параметра K_{WD} сигналов акустической эмиссии, позволяющего выявить момент начального развития магистральной трещины.

5. Наличие на поверхности равномерного оксидного покрытия без исходных трещин с шероховатостью $R_a=1,87$ мкм не оказывает заметного влияния на усталостную долговечность алюминиевого сплава 1163, а доля периода циклического нагружения от исходного состояния до момента образования магистральной трещины для образцов с покрытием и без покрытия были практически одинаковыми, что составило 0,87-0,88 от полного периода долговечности N_c . Повышение шероховатости до $R_a=3,61$ мкм и наличие исходных трещин в оксидном покрытии, сформированном при плотности тока 74 А/дм², привели к значительному снижению усталостной долговечности на 25 % и увеличению до 0,93 от полного периода долговечности N_c доли периода циклического нагружения от исходного состояния до момента образования магистральной трещины.

СПИСОК РАБОТ, ОПУБЛИКОВАННЫХ АВТОРОМ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

Основные результаты диссертации опубликованы в следующих работах:

Статьи в рецензируемых научных изданиях, рекомендованных ВАК, и изданиях, индексируемых в международных базах данных *Web of Science/Scopus*, и приравненных к рецензируемым изданиям ВАК:

Публикации в изданиях, рекомендованных ВАК РФ:

1. Бао Ф. Исследование влияния режимов микродугового оксидирования на морфологию и параметры оксидного покрытия, наносимого на алюминиевый сплав Д16АТ / Ф. Бао, О.В. Башков, Д. Чжан, Л. Люй, Т.И. Башкова // *Frontier Materials & Technologies* (Вектор науки Тольяттинского государственного университета). – 2023. – № 1. – С. 7-21.

Публикации в зарубежных и переводных рецензируемых изданиях (Web of Science, Scopus):

2. Bashkov O.V. Acoustic emission that occurs during the destruction of coatings applied by microarc oxidation on an aluminum alloy / O.V. Bashkov, X. Li, F. Bao // *Materials Today: Proceedings*. – 2019. – Vol. 19. – P. 2522-2525.

3. Li X. The research of the features destruction of the of oxide coatings on aluminum alloy by using the method of acoustic emission / X Li., O.V. Bashkov, F. Bao, V.A. Kim, C. Zhou, O.G. Shakirova // *Journal of Physics: Conference Series*. IOP Publishing. – 2019. – Vol. 281, №1. – P. 012050.

4. Bashkov O.V. Investigation of the Influence of Electrical Modes on the Morphology and Properties of Oxide Coatings on Aluminum Alloy 1163, Obtained by the Microarc Oxidation / O.V. Bashkov, F. Bao, X. Li, T.I. Bashkova // *Lecture Notes in Networks and Systems*. – 2021. – Vol. 200. – P. 87-95.

Патентные документы:

5. Свид. о регистр. программы для ЭВМ № 2019666083. «Программа разделения сигналов акустической эмиссии и сигналов шума с использованием искусственной нейронной сети» / Бао Ф. – № 2019664877; заявл. 21.11.2019; опубл. 04.12.2019.

6. Патент на изобретение, Российская Федерация. Способ мониторинга и управления процессом микродугового оксидирования / Башков О.В., Бао Ф., Башкова Т.И.; заявитель и патентообладатель Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Комсомольский-на-Амуре государственный университет». – № 2022124254; заявл. 12.09.2022/

Публикации в других научных изданиях

7. Кхун Х.Х. Моделирование акустических волн в пластинах при возбуждении источниками с различной длительностью фронта волны / Х.Х. Кхун, Ф. Бао, О.В. Башков // *Научно-техническое творчество аспирантов и студентов: материалы всероссийской научно-технической конференции студентов и аспирантов, Комсомольск-на-Амуре*. – 2018. – С. 75-78.

8. Бао Ф. Исследование кинетики разрушения микродуговых оксидных покрытий на алюминиевом сплаве в условиях деформации растяжением / Ф. Бао, О.В. Башков, С. Ли // *Молодежь и наука: актуальные проблемы фундаментальных и прикладных исследований*. – 2019. – С. 26-29.

9. Бао Ф. Исследование влияния электрических режимов микродугового оксидирования на морфологию оксидного покрытия на алюминиевом сплаве 1163 / Ф. Бао, О.В. Башков, С. Ли // *Молодежь и наука: актуальные проблемы фундаментальных и прикладных исследований*. – 2020. – С. 14-18.

10. Башков О.В. Исследование особенностей разрушения алюминиевых сплавов с оксидными покрытиями методом акустической эмиссии / О.В. Башков, Ф. Бао // Всероссийская конференция с международным участием «Актуальные проблемы метода акустической эмиссии» (АПМАЭ-2021). – 2021. – С. 130.

11. Xiao F. Experimental study on effect of artificial defects on coal sample damage with different diameter holes / F. Xiao, X. Meng, O.V. Bashkov, F. Bao, L. Lyu, L. Xing // Journal of Heilongjiang University of Science & Technology. – 2022. – Vol. 30, №3. – P. 269-274.

12. Xiao F. Experimental study on mechanical properties and acoustic emission of hole sandstone / F. Xiao, L. Xu, O.V. Bashkov, F. Bao // Journal of Heilongjiang University of Science & Technology. – 2020. – Vol. 32, №3. – P. 231-237.

Бао Фэнюань

**ФОРМИРОВАНИЕ ОКСИДНЫХ ПОКРЫТИЙ НА АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВАХ
МИКРОДУГОВЫМ ОКСИДИРОВАНИЕМ И ОСОБЕННОСТИ ИХ РАЗРУШЕНИЯ**

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук