

УДК 669.295.539.121

DOI 10.36910/6775-2313-5352-2020-16-19

Субботіна В.В., Білозеров В.В., Соболь О.В.

Національний технічний університет «Харківський політехнічний інститут»

### ЕЛЕКТРИЧНА МІЦНІСТЬ ОКСИДНИХ ПОКРИТТІВ, СФОРМОВАНИХ МЕТОДОМ МІКРОДУГОВОГО ОКСИДУВАННЯ

У роботі наведені результати досліджень структури та властивостей покриттів на алюмінієвих сплавах Д16, АМг6 і АЛ25. Виявлені особливості морфології поверхні сплавів на основі алюмінію після МДО-обробляння. Дослідження кінетики формування товщини покриття показало, що реалізується практично лінійна залежність товщини від часу оксидування. Установлено, що фазовий склад покриттів різний для різних сплавів: основною фазою в покритті на сплаві Д16 є фаза  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  (60–70 %), на сплаві АМг6 –  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ , на сплаві АЛ25 – муліт  $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$  (60–70 %). Показана залежність електричної міцності від структурного стану. Установлено, що рентгеноаморфний стан МДО-покриттів дозволяє досягти високої електричної міцності ( $E = 10$  В/мкм) при великій швидкості формування таких покриттів. Ця технологія найбільш перспективною для одержання покриттів з високою електричною ізоляцією.

**Ключові слова:** МДО покриття, електроліт, товщина покриття, твердість, фазовий склад, електрична міцність.

#### Вступ

Оксидні покриття, сформовані на алюмінії і його сплавах, мають високу корозійну стійкість і високу адгезію з основою. У зв'язку із цим такі покриття знаходять усе більш широке застосування в різних галузях приладобудування, як в якості функціональних покриттів, так і в якості підшару для нанесення захисних покриттів.

Вивченню властивостей анодних оксидних покриттів присвячене досить багато робіт [1, 2], дослідження ж діелектричних властивостей оксидних покриттів, сформованих методом мікродугового оксидування (МДО), дотепер малочисленні [3, 4].

Різноманітність властивостей МДО-покриттів обумовлює широкі можливості використання їх при розв'язанні різних завдань, зокрема, для забезпечення електричної ізоляції.

Великий питомий електроопір оксидів алюмінії ( $R$  близько  $1 \cdot 10^{14}$  Ом•м) [2] обумовлює високі діелектричні властивості МДО-покриттів на алюмінії та його сплавах.

Ціль роботи – визначення електричної міцності покриттів залежно від їх структурного стану та складу електроліту при МДО-оброблянні.

#### Матеріал і методика дослідження

У роботі проводилося формування покриттів на зразках діаметром 30 мм і товщиною 10 мм. Матеріалами для оксидування були Д16, АМг6, АЛ25. Хімічний склад сплавів наведено в таблиці 1.

Таблиця 1

Хімічний склад сплавів

Сплав	Основні компоненти, %					
	Cu	Mg	Mn	Ti	Si	Ni
Д16	3,8-4,9	1,2-1,8	0,9-0,9	-	-	-
АМг6	-	5,8-6,8	0,5-0,8	0,02-0,1	-	-
АЛ25	1,5-3,0	0,8-1,3	0,3-0,4	0,05-0,2	11,0-13,0	0,8-1,3

Мікродугове оксидування проводилося в циліндричній ванні ємністю 20 л, виготовленої з нержавіючої сталі, що має сорочку водяного охолодження і повітряний барботаж електроліту. Корпус ванни служив другим електродом. Температура електроліту підтримувалася в інтервалі 20–30 °С.

Процес проводився з використанням джерела живлення конденсаторного типу при щільності струму 20 А/дм<sup>2</sup> при анодно-катодному режимі.

Застосовувалися наступні методи дослідження:

© Субботіна В.В., Білозеров В.В., Соболь О.В.

- товщина покриття (загальна і зміцненого шару) визначалася за допомогою вихрового товщиноміру ВТ-10НЦ і металографічно на поперечних шліфах:
- мікротвердість вимірювалася на приладі ПМТ-3 при навантаженні 100 і 200 г;
- морфологія поверхні та шліфи аналізувалися металлографічно й на РЕМ;
- електрична міцність визначалася по пробивній напрузі на лабораторній установці при напрузі від 0 до 1000 В.

Формування покриттів проводилося в лужно-силікатному електроліті та силікатному. Лужно-силікатний електроліт - водяний розчин 1 г/л КІН + 6 г/л  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  (рідке скло,  $\rho = 1,4 \text{ г/см}^3$ ). Силікатний електроліт - водяний розчин рідкого скла ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ) від 20 до 140 г/л.

#### Результати і їх обговорення

Дослідження кінетики формування товщини покриття показало, що реалізується практично лінійна залежність товщини від часу окисдування. Однак, швидкість формування покриттів для різних сплавів різна. Так, максимальна швидкість росту покриття спостерігається для сплаву Д16, мінімальна на сплаві АЛ25 (табл. 2). Відзначимо, що швидкість формування покриття в силікатному електроліті в 5–7 раз вище порівняно з лужно-силікатним електролітом.

Таблиця 2

Характеристика МДО-покриттів

Сплав	Швидкість формування, мкм/г	Фазовий склад	HV, кг/мм <sup>2</sup>	U <sub>пр</sub> , В	E, В/мкм
Д16	70-80	$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3 + \gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$	1500–2000	800	5–11
АМг6	60-70	$\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$	1200–1500	800	~8
АЛ25	40-50	$3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 + \gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$	1000–1200	1000	12–15

Морфологія поверхні покриттів характеризується «пухирчастою» структурою (рис. 1), що свідчить про формування цих утворювань, головним чином, за механізмом екзотермічного окиснювання алюмінію. Очевидно, центр утворювань є каналом розрядів. При збільшенні товщини покриттів оксид алюмінію вихлюпується з каналу розряду, кристалізується й тоді чітко видні границі цих «пухирчастих» утворювань (рис. 1, б) і відкрита пористість. Можна чекати значну структурну неоднорідність по товщині покриття, що повинне позначитися на твердості покриття і його діелектричних властивостях.

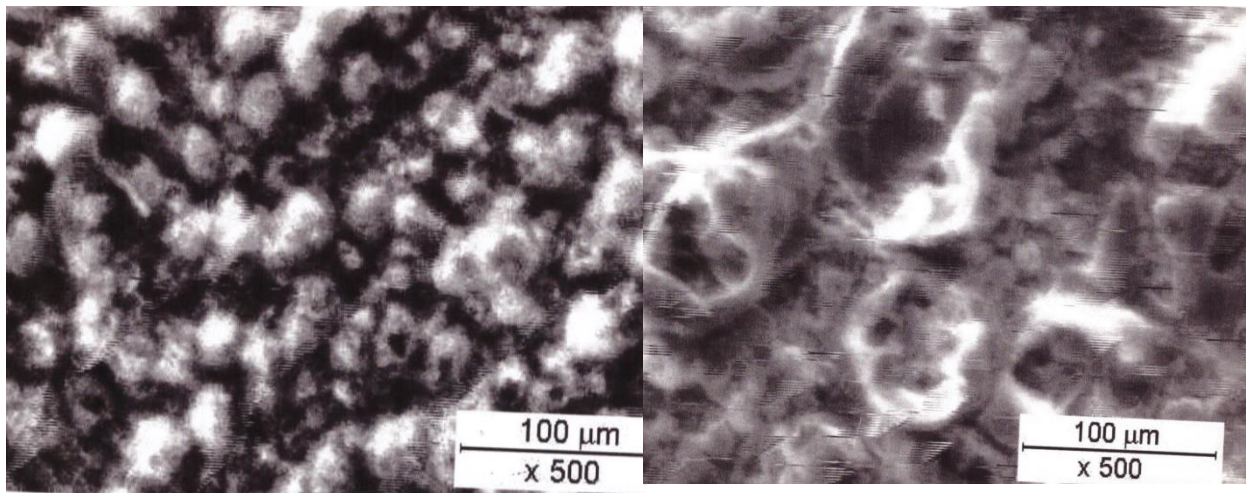
Морфологія зовнішньої поверхні мікродугового покриття залежить від режиму окисдування і визначається товщиною покриття, але вона залишається характерною для різних сплавів.

Рентгенівський фазовий аналіз покриттів (рис. 2), сформованих у лужно-силікатних електролітах показав, що покриття має кристалічна будова. Фазовий склад покриттів різний для різних сплавів. Так, основною фазою в покритті на сплаві Д16 є фаза  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  (60–70 %), на сплаві АМг6 –  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ , на сплаві АЛ25 – мулліт  $3 \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$  (60–70 %) (табл. 2).

Фазовий склад покриття визначає й твердість покриттів (табл. 2). Відзначимо, що твердість корунду ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) становить  $\sim 2400 \text{ кг/мм}^2$ ,  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3 \sim 1400 \text{ кг/мм}^2$ , мулліту  $\sim 1000 \text{ кг/мм}^2$ .

Таким чином, метод МДО дозволяє перетворити оброблювану поверхню у високотемпературні оксиди алюмінію, що мають високу твердість.

Пробивна напруга ( $U_{пр}$ ) і електрична міцність ( $E = U_{пр}/h$ ) для покриттів, сформованих у лужно-силікатному електроліті, залежно від товщини покриття наведені на рис. 3, 4. Характер змін  $U_{пр}$  і  $E$  можна пояснити структурними особливостями покриттів: пористістю, фазовим складом та їх розподілянням по товщині покриття. Ці фактори приводять до збільшення в покритті неоднорідності електричного поля. У результаті на локальних ділянках покриття зростає напруженість електричного поля і пробій наступає при більш низькій напрузі.



А б  
Рис. 1. Морфологія поверхні покриттів на сплаві Д16  
(електроліт – 1 г/л KOH + 6 г/л Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>):  
а – товщина покриття 50 мкм, б – товщина покриття 100 мкм

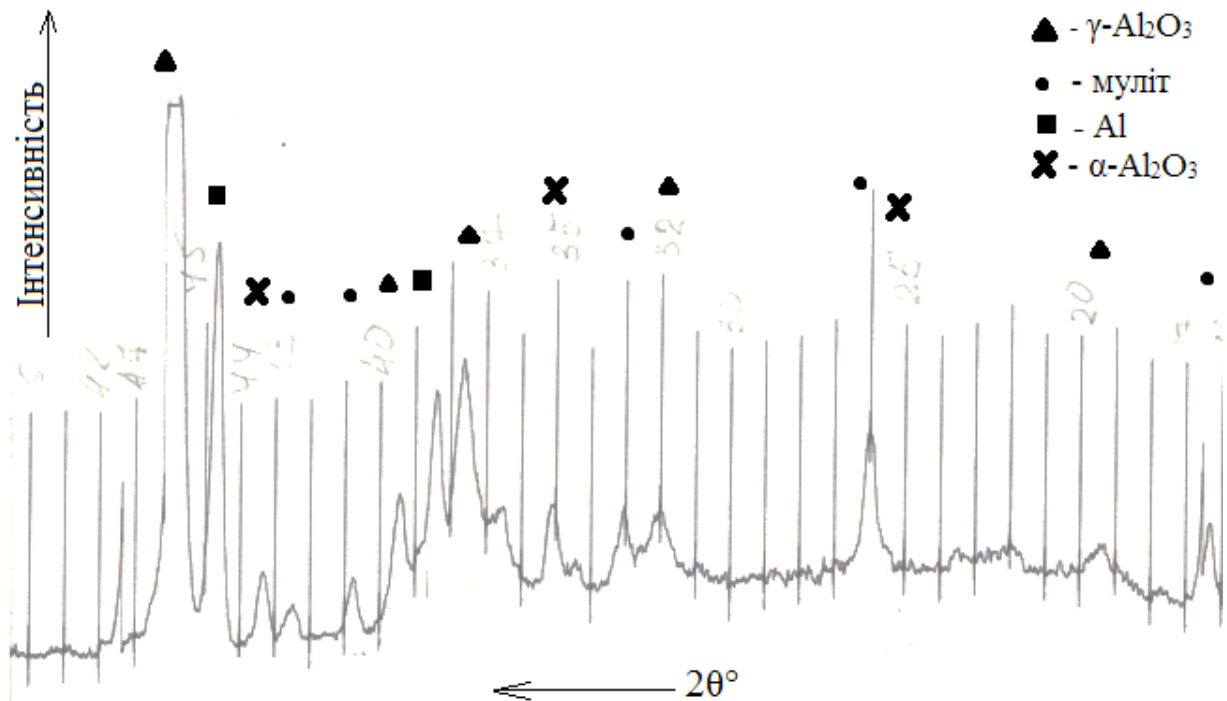


Рис. 2. Дифрактограма покриття сплаву Д16

Зменшення  $E$  із зростанням товщини покриття, тобто електричне знеміцнювання (див. рис. 4) пов'язують зі збільшенням середньої довжини пробігу електрона при збільшенні товщини діелектрика.

Проведене дослідження показало, що електрична міцність оксидних покриттів визначається структурним станом покриття. Найбільша електрична міцність (найбільша напруга пробою) спостерігається в покритті на сплаві АЛ25. Підвищений вміст кремнію, можливо, сприяє кращому сплавленні структурних складових у процесі МДО. Однофазність покриттів на сплаві АМг6 забезпечує сталість  $E$  для різних товщин. Гетерофазність покриттів на сплаві Д16 викликає електричне знеміцнювання.

Заслугує увагу силікатне покриття на сплаві Д16 (рис. 5). Досить висока електрична міцність ( $E = 9$  В/мкм) забезпечується рентгеноаморфним станом покриття. Враховуючи більші швидкості формування покриттів при вмісті рідкого скла більше 30 г/л можна рекомендувати саме ці покриття для забезпечення електричної ізоляції.

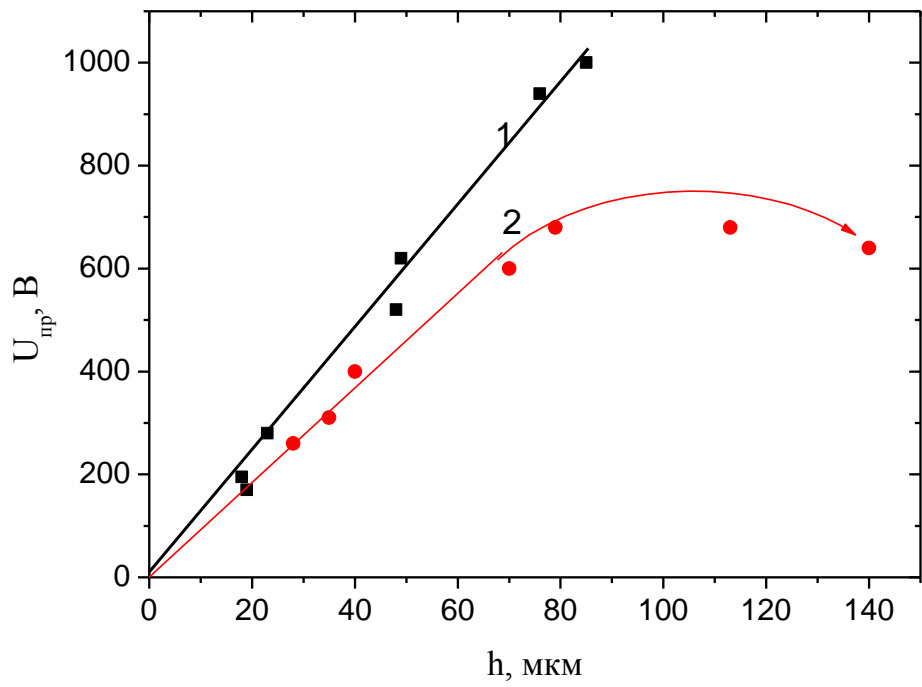


Рис. 3. Залежність пробивної напруги від товщини покриття (електорліт – 1 г/л KOH + 6 г/л Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>):  
1 – Al25, 2 – Д16 і AMr6

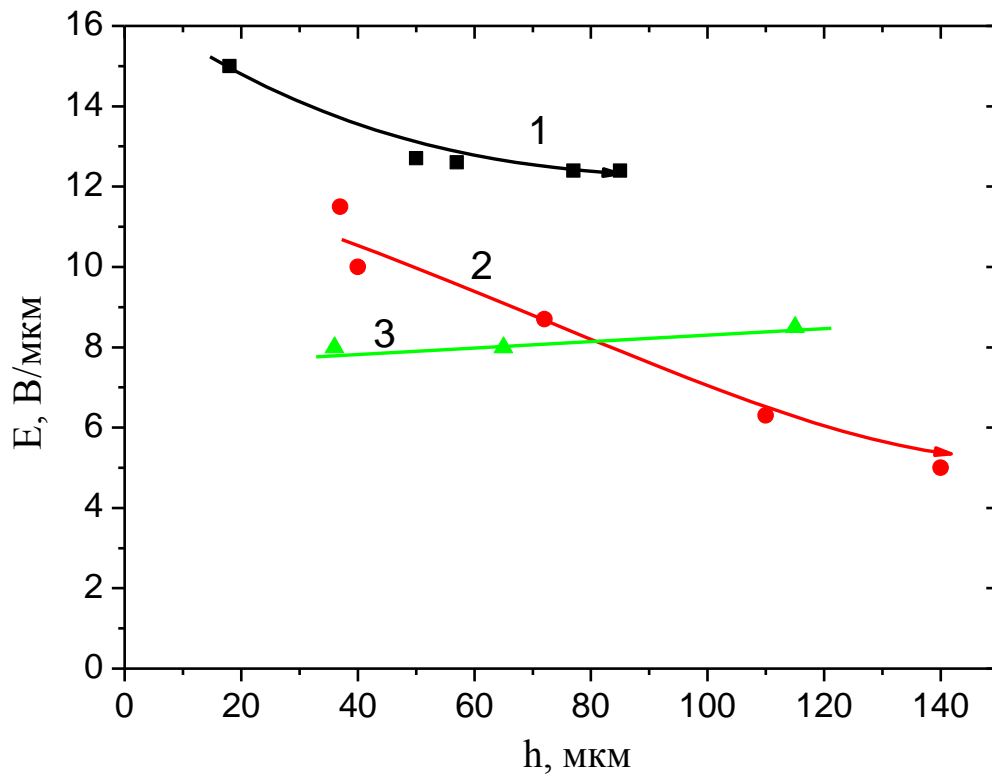


Рис. 4. Електрична міцність МДО-покриттів на різних сплавах:  
1 – Al25, 2 – Д16, 3 – AMr6

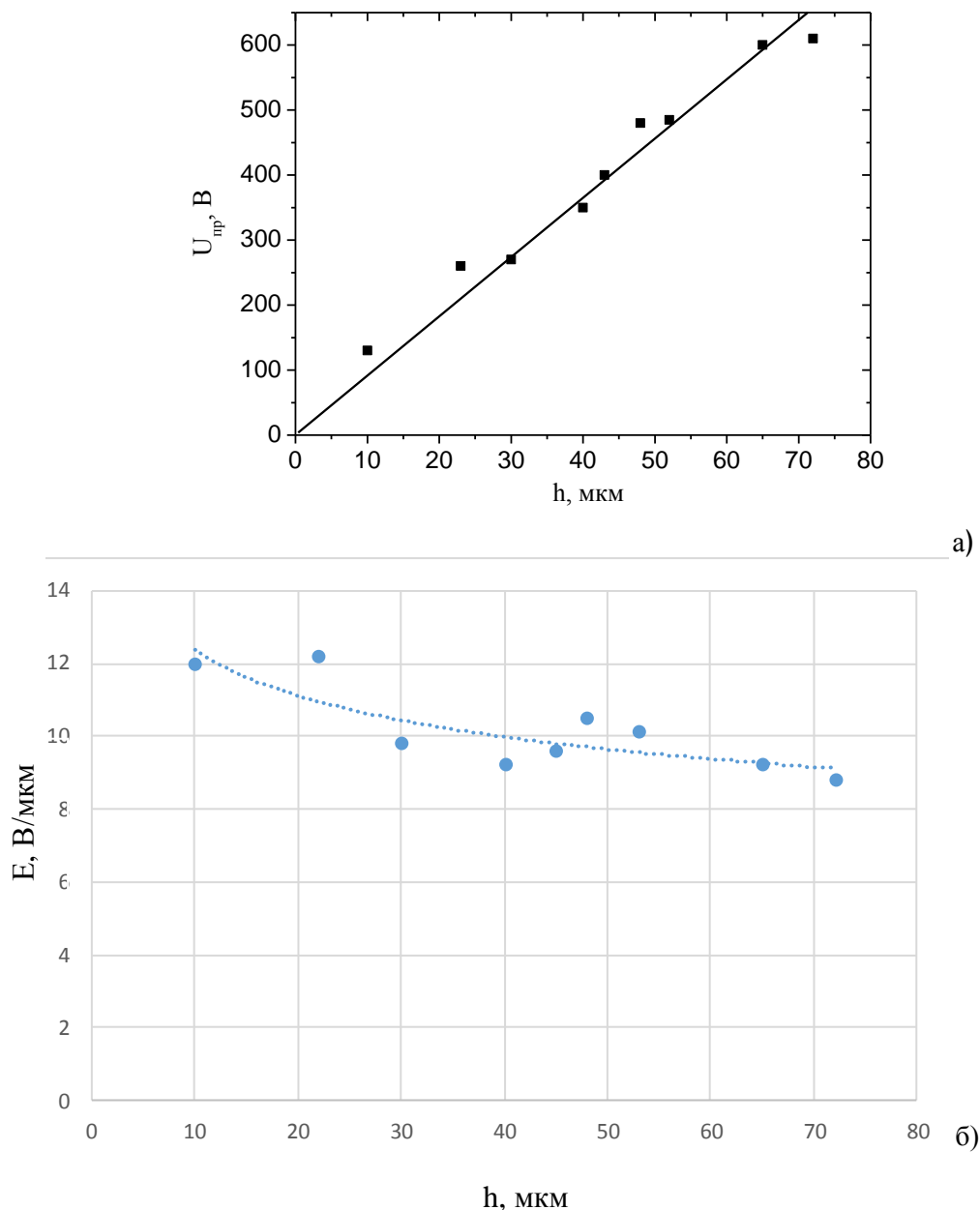


Рис. 5. Діелектричні властивості покриттів на сплаві Д16, сформованих у силікатному електроліті (50 г/л  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ )  
а) пробивна напруга, б) електрична міцність

Розроблені нами режими одержання МДО-покриттів із серії ізоляційних матеріалів. Такі матеріали показали високі функціональні властивості при їх використанні в якості ізоляційних при виготовленні каркасів котушок індуктивності, нагрівачів із блоком теплових трубок і напрямних роликів електроерозійних установок.

#### Висновки

1. Виявлені особливості морфології поверхні сплавів на основі алюмінію після них МДО-оброблення. Морфологія поверхні покриттів характеризується «пухирчастою» структурою, що свідчить про формування цих утворювань, головним чином, за механізмом екзотермічного окиснювання алюмінію.
2. Дослідження кінетики формування товщини покриття показало, що реалізується практично лінійна залежність товщини від часу окисдування.
3. Установлене, що покриття сформовані в лужно-силікатних електролітах мають кристалічну будову.

4. Фазовий склад покриттів різний для різних сплавів: основною фазою в покритті на сплаві Д16 є фаза  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  (60–70 %), на сплаві АМг6 –  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ , на сплаві АЛ25 – муліт  $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$  (60–70 %)

5. Установлено, що найбільша електрична міцність (найбільша напруга пробою) спостерігається в покритті на сплаві АЛ25. Однофазність покриттів на сплаві АМг6 забезпечує сталість Е для різних товщин. Гетерофазність покриттів на сплаві Д16 викликає електричне знеміцнювання.

6. Відносно висока електрична міцність ( $E = 10$  В/мкм) забезпечується рентгеноаморфним станом покриття на сплаві Д16. При цьому досягаються більші швидкості формування покриттів при вмісті рідкого скла більш 30 г/л, що дає змогу вважати таку технологію найбільш перспективною для одержання покриттів з високою електричною ізоляцією.

#### Список використаних джерел

1. Суминов И. В., Эпельфельд А. В., Людин В. Б., Крит Б. Л., Борисов А. М. Микродуговое оксидирование (теория, технология, оборудование). М. : ЭКОМЕТ, 2005. 368 с.
2. Физико-химические свойства окислов. Справочник под ред. Г. В. Самсонова, 1978, М. : Металлургия, 1978. 472 с. URL: <https://www.twirpx.com/file/594805/> (дата звернення: 17.06.2020).
3. Гуцаленко Ю.Г., Севидова Е.К., Степанова И.И., Стрельницкий В.Е. Оценка диэлектрических свойств микродуговых покрытий на деформируемых алюминиевых сплавах, ВАНТ. 2018. №2(114). С. 125–127. URL: [https://vant.kipt.kharkov.ua/ARTICLE/VANT\\_2018\\_2/article\\_2018\\_2\\_125.pdf](https://vant.kipt.kharkov.ua/ARTICLE/VANT_2018_2/article_2018_2_125.pdf) (дата звернення: 17.06.2020).
4. Павлюс С.Г., Соборницкий В.И., Шепрут Ю.А., Снежко Л.А., Черненко В.И. Диэлектрические свойства анодно-искровых силикатных покрытий на алюминии // Электронная обработка материалов. 1987. №3. С. 34–36.

**Субботина В.В., Белозеров В.В., Соболев О.В.**

Национальный технический университет «Харьковский политехнический институт»

#### ЭЛЕКТРИЧЕСКАЯ ПРОЧНОСТЬ ОКСИДНЫХ ПОКРЫТИЙ, СФОРМИРОВАННЫХ МЕТОДОМ МИКРОДУГОВОГО ОКСИДИРОВАНИЯ

В работе приведены результаты исследований структуры и свойств покрытий на алюминиевых сплавах Д16, АМг6 и АЛ25. Выявлены особенности морфологии поверхности сплавов на основе алюминия после их МДО-обработки. Исследование кинетики формирования толщины покрытия показало, что реализуется практически линейная зависимость толщины от времени оксидирования. Установлено, что фазовый состав покрытий различен для разных сплавов: основной фазой в покрытии на сплаве Д16 является фаза  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  (60–70 %), на сплаве АМг6 –  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ , на сплаве АЛ25 – муліт  $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$  (60–70 %). Показана зависимость электрической прочности от структурного состояния. Установлено, что рентгеноаморфное состояние МДО-покрытий позволяют достичь относительно высокой электрической прочности ( $E = 10$  В/мкм) при большой скорости формирования таких покрытий. Это делает такую технологию наиболее перспективной для получения покрытий с высокой электрической изоляцией.

**Ключевые слова:** МДО покрытие, электролит, толщина покрытия, твердость, фазовый состав, электрическая прочность.

**Subbotina V.V., Belozarov V.V., Sobol O.V.**

National technical university «Kharkov polytechnic institute»

### **ELECTRICAL STRENGTH OF OXIDE COATINGS FORMED BY THE METHOD OF MICRO-ARC OXIDATION**

The paper presents the results of studies of the structure and properties of coatings on aluminum alloys D16, AMg6 and AL25. The features of the surface morphology of aluminum-based alloys after their MAO treatment are revealed. A study of the kinetics of coating thickness formation showed that an almost linear dependence of the thickness on the time of oxidation is realized.

It was established that the phase composition of the coatings is different for different alloys: the main phase in the coating on D16 alloy is the  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> phase (60–70 %), on the AMg6 alloy –  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, on the AL25 alloy – Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> • 2SiO<sub>2</sub> mullite (60–70 %). The dependence of electric strength on the structural state is shown.

It was found that the X-ray amorphous state of the MAO coatings allows one to achieve a relatively high electric strength ( $E = 10 \text{ V} / \mu\text{m}$ ) at a high rate of formation of such coatings. This makes this technology the most promising for producing coatings with high electrical insulation.

**Key words:** MAO coating, electrolyte, coating thickness, hardness, phase composition, dielectric strength.