

## ОЦІНЮВАННЯ МЕХАНІЧНИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ КОМБІНОВАНИХ МЕТАЛООКСИДОКЕРАМІЧНИХ ШАРІВ НА АЛЮМІНІЄВИХ СПЛАВАХ

М. М. СТУДЕНТ<sup>1</sup>, В. В. ШМИРКО<sup>1</sup>, М. Д. КЛАПКІВ<sup>1</sup>, І. М. ЛЯСОТА<sup>1</sup>,  
Л. Н. ДОБРОВОЛЬСЬКА<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Фізико-механічний інститут ім. Г. В. Карпенка НАН України, Львів;

<sup>2</sup> Луцький національний технічний університет

Досліджено фізико-механічні властивості металооксидокерамічних шарів на алюмінієвих сплавах і електрометалізаційних алюмінієвих покриттях методами інденування, склерометрії та комбінованим електрохімічним і акустично-емісійним методом. За допомогою цих методів виявлено позитивний вплив міді на фізико-механічні властивості оксидокерамічних шарів. Встановлено, що за наявності міді в оксидокерамічному шарі підвищуються його модуль пружності, мікротвердість та мікропластичність.

**Ключові слова:** *електродугова металізація, плазмоелектролітне оксидування, оксидокерамічні шари, інденування.*

Однією зі сучасних технологій захисту алюмінієвих сплавів є формування на їх поверхні оксидокерамічних шарів методом плазмоелектролітного оксидування (ПЕО) [1]. Щоб відновити геометричні параметри зношених поверхонь деталей, виготовлених із легких сплавів, а також підвищити зносотривкість і корозійну витривалість нових виробів, використовують напилення газотермічних покриттів із алюмінієвих сплавів з подальшим формуванням металооксидокерамічного шару методом ПЕО [2]. Оксидокерамічні шари мають високу мікротвердість, проте їм притаманна і висока крихкість. На різних алюмінієвих сплавах та газотермічних покриттях з цих сплавів утворюються оксидні шари із різною структурою та механічними властивостями, які у багатьох випадках визначають експлуатаційні характеристики виробів із оксидокерамічними шарами. Мета роботи – вибрати методику для оцінки механічних властивостей комбінованих металооксидокерамічних шарів.

**Матеріали та методи досліджень.** Композиційні металооксидокерамічні шари синтезували на алюмінієвих сплавах АД1, АМг-6 і Д16 та електродугових покриттях (ЕДП) аналогічного хімічного складу, сформованих напиленням із електродних дрітків АД1, АМг-6 та Д16. Розмір частинок розпилюваного металу  $\leq 50 \mu\text{m}$ , а швидкість їх польоту  $\approx 100 \text{ m/s}$ . Режими формування ЕДП: напруга на дузі  $U = 30 \dots 32 \text{ V}$ , струм дуги  $I = 100 \dots 120 \text{ A}$ , тиск повітряного струменя  $p = 0,6 \text{ MPa}$ .

Оксидокерамічні шари на алюмінієвих сплавах та ЕДП з цих сплавів отримували методом ПЕО у водному електроліті складу  $3 \text{ g/l KOH} + 2 \text{ g/l Na}_2\text{SiO}_3$  за густини катодного та анодного струмів  $2 \text{ kA/m}^2$ .

Мікроструктуру синтезованих покриттів вивчали на сканувальному електронному мікроскопі EVO-40XVP (Carl Zeiss) зі системою рентгенівського мікроаналізу INCA Energy.

Для досліджень фізико-механічних властивостей оксидокерамічних шарів апробовані методи неперервного вдавлення індентором і склерометрії та комбінований метод одночасної реєстрації струмів поляризації і сигналів акустичної емісії (АЕ) під час руйнування покривів під навантаженням.

**Метод індентування** побудований на автоматичній реєстрації під час випробувань навантаження ( $P$ ) на індентор і глибини його проникнення ( $h$ ) в поверхню досліджуваного матеріалу. Для цього використовували багатофункціональний прилад “Мікрон-гамма” [3], особливістю якого є використання диференціального давача малих переміщень, а принцип роботи полягає у вимірюванні глибини проникнення індентора відносно поверхні досліджуваного зразка. Результати подані у вигляді діаграми  $P = f(h)$ . Методичні основи визначення твердості і модуля пружності за діаграмою проникнення базуються на методі Олівера–Фара [4], прийнятого як міжнародний стандарт [5].

**Метод склерометрії** базується на неперервній реєстрації опору руху індентора по поверхні під заданим навантаженням, і дає змогу комплексно оцінювати стан поверхневого шару на трасі сканування та моделювати елементарні акти тертя і зношування (мікрорізання, мікроковзання тощо), визначати розкид та неоднорідність, а також середню міцність поверхневого шару на доріжці тертя.

**Методика електрохімічних та акустично-емісійних випробувань.** Принципова структурна схема цих експериментальних досліджень наведена на рис. 1. Зразки навантажували триточковим згином  $I$  зусиллям  $P$  через динамометр 2, яке передавалось на досліджуваний зразок розмірами  $6 \times 20 \times 90$  mm, де на одній поверхні синтезували оксидокерамічний шар 3 завтовшки 0,2 mm. Прогин пластини  $f$  реєстрували тензометричним перетворювачем 4. Сигнали АЕ (САЕ), згенеровані у результаті руйнування, сприймалися первинним перетворювачем АЕ (ПАЕ) 5 з робочою смугою частот  $0,2 \dots 0,6$  MHz і встановленим на непокриту поверхню зразка. Для селекції корисних сигналів від завад використовували паралельний АЕ канал (ПАЕ 6). Електричні САЕ каналу завади та вимірювального тракту підсилювали попередніми підсилювачами 7, після чого реєстрували багатоканальною вимірювальною АЕ системою SKOP-8M 8 [6] і обробляли на персональному комп’ютері 9. Щоб зменшити вплив хибних САЕ від тертя у місці дотику поверхонь балкового зразка з опорами установки, встановлювали антифрикційні прокладки.

Рис. 1. Структурна схема експериментальних досліджень:

- 1 – навантажувальний пристрій;
- 2 – динамометр;
- 3 – зразок;
- 4 – тензометричний перетворювач;
- 5, 6 – ПАЕ;
- 7 – підсилювач;
- 8 – АЕ система SKOP-8M;
- 9 – комп’ютер;
- 10 – комірка;
- 11 – електрод;
- 12 – протиелектрод;
- 13 – потенціостат.

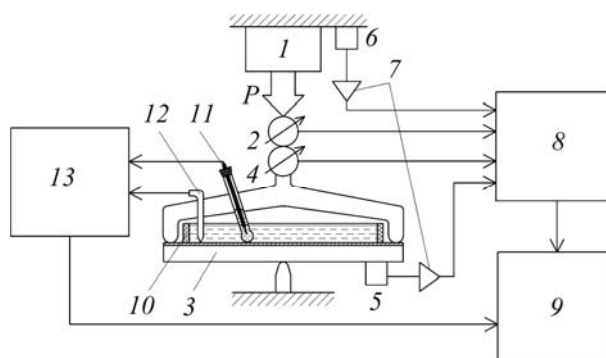


Fig. 1. The block diagram of the experimental research: 1 – loading device; 2 – load gauge; 3 – sample; 4 – strain gauge; 5, 6 – AE converter; 7 – amplifier; 8 – AE system SKOP-8M; 9 – PC; 10 – cell; 11 – electrode; 12 – antielectrode; 13 – potentiostat.

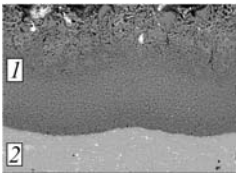
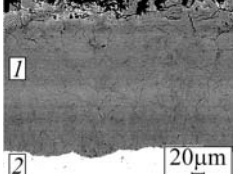
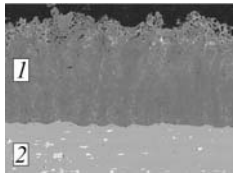
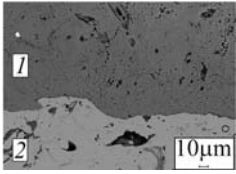
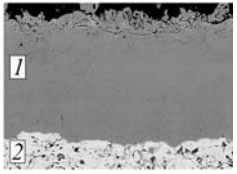
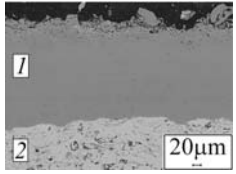
Перед початком кожного експерименту вимірювальні канали тарували. У результаті налаштувань отримали такі режими вимірювань: коефіцієнт підсилення

попереднього підсилювача становив 40 dB; тривалість вибірки 0,25 ms; період дискретизації аналогового сигналу 0,25  $\mu$ s; частота зрізу фільтра низьких та високих частот 700 та 100 kHz, відповідно; поріг дискримінації 26%; рівень власних шумів, приведених до входу попереднього підсилювача 7  $\mu$ V.

Для електрохімічних досліджень на окисдовану поверхню приклеювали гумову ванну 10, яку заповнювали електролітом типу “кислий дощ”. Як електрод порівняння використовували хлоридсрібний електрод 11, а протиелектрод – платиновий дріт 12, зміну струму в часі від навантаження реєстрували за допомогою потенціостату 13. Методика полягає в аналізі характеру зміни густини струму поляризації ( $I_{pol}$ ) в умовах згину алюмінієвої пластини з металооксидокерамічним покритвом та його значення за потенціалу поляризації рівному потенціалу корозії ( $E_{pol} = E_{corr}$ ). Це зумовлено, в першу чергу, тим, що за відсутності механічних навантажень струм сталий, а значить його зміна залежатиме від появи нових відкритих ділянок металу та роботи деформаційних гальванопар.

**Результати та їх обговорення.** ЕДП з алюмінієвих сплавів властива поруватість. Але оксидокерамічні шари сформовані на алюмінієвих сплавах і ЕДП із них мають однакові характеристики поруватості та твердості. Отримані результати (табл. 1) показують, що зі збільшенням вмісту міді в оксидному шарі, синтезованому на сплавах та напилених покритвах, зменшується поруватість, зростає твердість, модуль пружності і, як наслідок, абразивна зносотривкість.

**Таблиця 1. Мікроструктура і властивості оксидокерамічних шарів, сформованих на алюмінієвих сплавах АД1, АМг-6 і Д16 та ЕДП аналогічного хімічного складу**

| Властивості та шари                                | АД1   | АМг-6   | Д16  |
|--|---|---|--|
| 1 – ПЕО шар,<br>2 – сплав                          |  |  |  |
| 1 – ПЕО шар,<br>2 – електродуговий покрив          |  |  |  |
| Вміст міді в сплаві та ЕДП, mass. %                | 0   | 0,5   | 4  |
| Твердість ПЕО сплаву / ЕДП, HV                     | 1500/1600   | 1700/1650   | 1900/1850  |
| Поруватість ПЕО сплаву / ЕДП, %                    | 10/8  | 4/4   | 2/2  |
| Відносна абразивна зносотривкість ПЕО сплаву / ЕДП | 1/1   | 1,2/1,1   | 1,6/1,5  |

Модуль пружності  $E$  і мікропластичність  $\varepsilon$  (табл. 2), визначені згідно з методикою [5] за діаграмами навантаження–проникнення індентора, також вказують на несуттєву різницю між механічними властивостями оксидокерамічних шарів, синтезованих як на сплавах, так і на ЕДП з цих сплавів. Зі збільшенням вмісту міді зростає модуль пружності та мікропластичність. Опір руйнуванню (сила тертя  $F$ ) під час руху алмазної піраміди найбільший для оксидокерамічного шару, синтезованого на сплаві Д16 та ЕДП із Д16 (табл. 2).

**Таблиця 2. Механічні характеристики оксидокерамічних шарів, синтезованих на суцільних сплавах та ЕДП з цих сплавів**

| Характеристики           | АД1 / АД1 ЕДП | АМг-6 / АМг-6 ЕДП | Д16 / Д16 ЕДП |
|--------------------------|---------------|-------------------|---------------|
| $E$ , GPa                | 154,8 / 157,4 | 180,8 / 171,6     | 236,8 / 182,3 |
| $\varepsilon$            | 0,490 / 0,473 | 0,497 / 0,52      | 0,516 / 0,550 |
| $F$ , Н·10 <sup>-2</sup> | 15 / 15,25    | 13,75 / 14,5      | 15,25 / 15,5  |

Типові результати експериментальних досліджень методом АЕ та струмів корозії за навантаження і руйнування оксидокерамічних покривів на алюмінієвих сплавах наведені на рис. 2. Як бачимо, характерною є група низькоамплітудних САЕ, які генерувалися під час навантаження на прямолінійній ділянці діаграми руйнування, записаній у координатах “навантаження  $P$ –стріла прогину  $f$ ”. Зокрема, для оксидного шару, синтезованого на алюмінії АД1, за 20 с після появи першої події АЕ ( $A_i$ ) почав зростати струм корозії, що свідчить про зародження та поширення тріщини через оксидокерамічний шар аж до основи алюмінієвого сплаву. Подальше зростання струму свідчить про збільшення площі алюмінієвого сплаву, яка контактує із корозивним середовищем та утворення більшої кількості наскрізних тріщин. Оксидокерамічний шар на алюмінії АД1 руйнується за меншого прогину ( $f=1$  mm), ніж на Д16 ( $f=1,6$  mm), оскільки володіє нижчими механічними характеристиками (табл. 2). Перші САЕ, згенеровані зародженням та руйнуванням покриву на алюмінії АД1, характеризуються меншими амплітудами, ніж покриви зі сплаву Д16, міцність якого більша. Для покривів на обох сплавах зі збільшенням навантаження показники активності АЕ та струмів корозії також зростали.

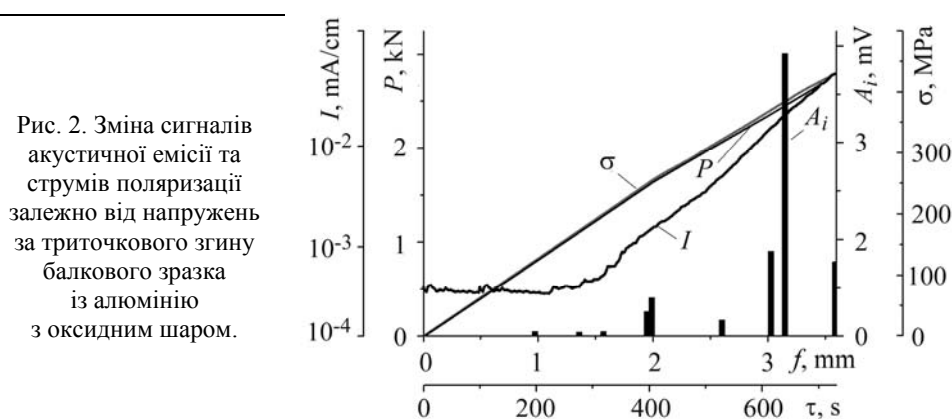


Fig. 2. Behavior of acoustics emission signals and polarization currents depending on the level of stresses under three point bending of aluminum specimen with oxide layer at the top.

Для встановлення характеру руйнування (крихке чи в'язке) застосовували відому методику [7] кількісної оцінки типів руйнування за неперервним вейвлет-

перетворенням САЕ. В її основу покладено критеріальний параметр  $k$ , який враховує максимальне значення вейвлет-коефіцієнта в події АЕ, ширину смуги спектра частот, що відповідає  $WT_{\max}$ , та робочої смуги АЕ тракту. Значення цього критерію зростає зі збільшенням ступеня крихкості матеріалу. САЕ, які відповідають зародженню тріщин у покриві, містили один характерний пік на перетворенні (рис. 3а, с), а значення критерію  $k$  таких сигналів знаходились в межах 0,09...0,1. За вищих напружень у зразку генеруються сигнали, що містять різні за висотою та шириною піки на вейвлет-перетвореннях (рис. 3а, d), що свідчить про одночасне протікання різних за механізмами актів руйнування. Значення критерію  $k$  для цих сигналів досягало 0,15, що відповідає крихкому руйнуванню. Наприклад, для сплаву Д16 за  $f = 2$  mm спостерігали високоамплітудні САЕ, які приблизно у 4–5 разів перевищували цей показник порівняно з генерованим пластичним деформуванням.

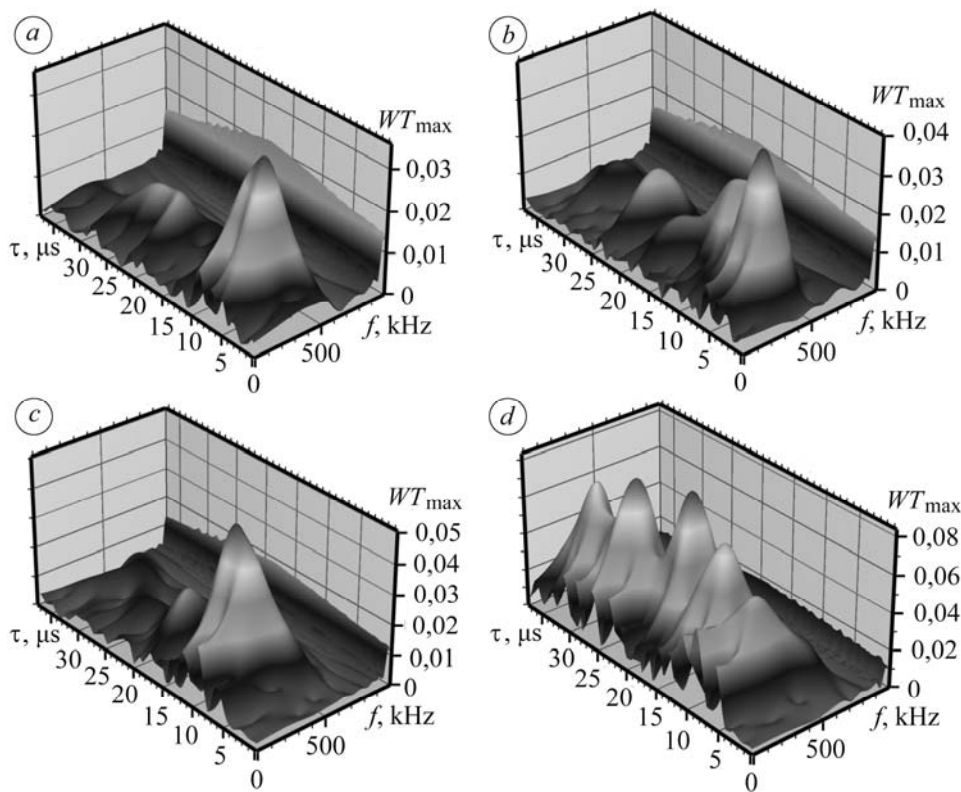


Рис. 3. Хвильові відображення САЕ під час руйнування оксидокерамічного покриття на сплавах АД1 (а, б) та Д16 (с, d), коли  $f = 1$  mm (а, с) та  $f = 2$  mm (б, d).

Fig. 3. Wave reflections of AE signals during breaking of oxide ceramic coating on АД1 (а, б) and Д16 (с, d) alloys for  $f = 1$  mm (а, с) and  $f = 2$  mm (б, d).

Одержані експериментальні результати дають можливість стверджувати, що розглянуті методики (методи локального навантаження, склерометрії та профілометрії, а також електрохімічно-акустичний метод) дозволяють дослідити фізико-механічні характеристики металооксидокерамічних шарів на алюмінієвих сплавах. За допомогою цих методик також встановлено, що леговані міддю оксидокерамічні шари мають вищі механічні характеристики.

## ВИСНОВКИ

З'ясовано, що методики інденування дають змогу визначати механічні характеристики металооксидокерамічних шарів та опір крихкому руйнуванню під час тертя, і ранжувати ці шари на різних алюмінієвих сплавах за їх механічними властивостями.

Розроблено електрохімічно-акустичну методику визначення початку зародження тріщин в оксидокерамічному шарі за згину пластин із металооксидокерамічним покривом.

Встановлено, що зі збільшенням вмісту міді в оксидокерамічному шарі його механічні характеристики підвищуються.

*РЕЗЮМЕ.* Исследовано физико-механические свойства металооксидокерамических слоев на алюминиевых сплавах и электрометаллизационных покрытиях методами инден-тирования, склерометрии и комбинированным электрохимическим совокупно из акусти-ческим методом. С помощью этих методов выявлено положительное влияние меди на фи-зико-механические характеристики оксидокерамических слоев. Доказано, что за присут-ствия меди в оксидокерамическом слое повышаются его модуль упругости, микротвер-дость и микропластичность.

*SUMMARY.* The physical and mechanical properties of the metal oxide layers on the aluminum alloys and on the arc sprayed aluminum coatings were investigated using the indenter and sclerometrical methods and the combined electrochemical and acoustic emission methods. The positive effect of the copper on the physical and mechanical properties of the metal oxide layers was revealed using these methods. It was shown that the presence of cooper in the oxide ceramic layers increases the microhardness and microplasticity and also its elasticity modulus.

1. *Nykyforchyn H. M., Klapkiv M. D., and Posuvailo V. M.* Properties of Syntesised in Electrolyte Plasma Oxide–Ceramic Coutings on Alluminium Alloys // *Surface and Coatings Technology*. – 1998. – **100–101**. – P. 219–221.
2. *Plasma electrolytic oxidation of arc-sprayed aluminum coatings / V. Pokhmurskii, H. Nykyforchyn, M. Student et al.* // *J. of Thermal Spray Technology*. – 2007. – 16 (5–6). – P. 998–1004.
3. *Игнатович С. Р., Закиев И. М.* Универсальный микро/нано-индендометр “Микрон-гамма” // *Заводская лаборатория*. – 2011. – **77**, № 1. – С. 61–67.
4. *Oliver W. C. and Pharr G. M.* An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation measurements // *J. Mater. Res.* – 1992. – **7**, № 6. – P. 1564–1583.
5. *ISO/FDIS 14577-1: Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameters. P. 1: Test method.* – Geneva: ISO Central Secretariat, 2002.
6. *Назарчук З. Т., Скальський В. Р.* Акустико-емісійне діагностування елементів кон-струкцій: наук.-техн. пос.: у 3-х т. – К. Наук. думка, 2009. – 878 с.
7. *Критерий оценки хрупкого разрушения стекла по сигналам акустической эмиссии / В. Р. Скальский, С. И. Буйло, Е. М. Станкевич* // *Дефектоскопия*. – 2012. – № 5. – С. 26–34.

*Одержано 03.12.2013*