

УДК 593.5.19

**Н. Ю. Імбірович<sup>1</sup>, В.М. Посувайло<sup>2</sup>, С.І.Остап'юк<sup>3</sup>,**<sup>1</sup>Луцький національний технічний університет, Луцьк<sup>2</sup>Фізико-механічний інститут ім. Г. В. Карпенка НАН України, Львів<sup>3</sup>Тернопільський комерційний інститут, Тернопіль**ОСОБЛИВОСТІ ВПЛИВУ РЕЖИМІВ ПЛАЗМОЕЛЕКТРОЛІТНОГО ОКСИДУВАННЯ  
ОКСИДОКЕРАМІЧНИХ ПОКРИТТІВ НА ЕЛЕКТРОФІЗИЧНІ ПАРАМЕТРИ ПРОЦЕСУ  
СИНТЕЗУ**

*В роботі встановлена стадійність процесу синтезу на титановому сплаві ВТ-8 та спресованому матеріалі з порошків титану та алюмінієвої пудри у співвідношення 1:1. Досліджено часові залежності напруги в процесі синтезу. Встановлено, що покриття на титановому сплаві синтезується рівномірніше в порівнянні з його синтезом на спресованому матеріалі внаслідок їх стабільного фазового складу. За допомогою експериментальних досліджень визначили вплив співвідношення густини струмів, які подавалися на катод та анод на значення напруги в процесі синтезу. В результаті проведених експериментів побудовано вольт-амперну характеристику. За результатами досліджень виконано порівняльний аналіз електрофізичних параметрів синтезу для сплаву ВТ-8 та титаново-алюмінієвого матеріалу, виготовленого методом порошкового пресування.*

*Ключові слова:* плазмoeлектролітна обробка, оксидокерамічні покриття, титанові сплави, спресовані титаново-алюмінієві порошки, електрофізичні параметри, вольт-амперна характеристика.

**Н. Ю. Имбирович<sup>1</sup>, В.Н.Посувайло<sup>2</sup>, С.И.Остап'юк<sup>3</sup>****ОСОБЕННОСТИ ВЛИЯНИЯ РЕЖИМОВ ПЛАЗМОЭЛЕКТРОЛИТНОГО  
ОКСИДИРОВАНИЯ ОКСИДОКЕРАМИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ НА  
ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИЕ ПАРАМЕТРЫ ПРОЦЕССА СИНТЕЗА**

*В работе установлено стадийность процесса синтеза на титановом сплаве ВТ-8 и спрессованном материале из порошков титана и алюминиевой пудры в соотношении 1:1. Исследовано временные зависимости напряжения в процессе синтеза. Установлено, что покрытия на титановом сплаве синтезируются более равномерно чем на спрессованном материале. С помощью экспериментальных исследований установлено влияние соотношения плотности токов, которые подавались на катод и анод на напряжение в процессе синтеза. В результате проведенных экспериментов построено вольт-амперную характеристику. За результатами исследований проведено сравнительный анализ электрофизических параметров синтеза для сплава ВТ-8 и титаново-алюминиевого спрессованного материала.*

*Ключевые слова:* плазмoeлектролітняя обробка, оксидокераміческие покриття, титановые сплавы, спрессованные титаново-алюминиевые порошки, вольт-амперная характеристика.

**N.Yu. Imbirovych<sup>1</sup>, V.N. Posuvailo<sup>2</sup>, S.I.Ostapjuk****THE FEATURES OF EFFECTS ELECTROLYTIC PLASMA OF OXIDE-CERAMIC  
COATINGS ON THE ELECTRICAL PARAMETERS OF THE SYNTHESIS**

*The multistage synthesis process is set on titanium alloy ВТ-8 and compressed material with titanium and aluminum powders in a ratio of 1: 1. The time dependence of the voltage during the synthesis was investigated. It found that the coatings on titanium alloy synthesized more uniformly than compacted material. Through experimental studies established effect of the ratio of current density, are fed to the cathode and the anode voltage during the synthesis. As a result of experiments, built the current-voltage characteristic. For the results of research carried out a comparative analysis of the electrical parameters of the synthesis of the alloy ВТ-8 and a titanium-aluminum compacted material.*

*Key words:* plasmoelectrolytic processing, oxide-ceramic coatings, titanium alloys, titanium-aluminum powders, current-voltage characteristic.

**Вступ.** Розробка нових екологічно чистих технологій нанесення високоефективних і надійних покриттів для захисту та зміцнення металевих виробів, беззаперечно, є на сьогодні однією з найактуальніших задач сучасної науки і техніки в зв'язку з ростом жорстких умов експлуатації, агресивності технологічних середовищ та підвищенням вимог до конструктивних матеріалів.

Плазмoeлектролітне оксидування (ПЕО) – порівняно новий вид поверхневої обробки та зміцнення вентильних металів, який бере початок від традиційного анодування, і відповідно відноситься до електрохімічних процесів. Плазмoeлектролітне оксидування дозволяє отримувати багатофункціональні кераміко-подібні покриття з унікальним комплексом властивостей. Вони мають високі зносо-, корозійно- та теплостійкі параметри. Крім цього цим методом можна формувати електроізоляційні та декоративні покриття.

Властивості та параметри режимів ПЕО добре досліджені для алюмінієвих сплавів та недостатньо для титанових та спресованих порошкових матеріалів.

**Метою** даної роботи було дослідити характер зміни напруги в часі в процесі синтезу оксидокерамічних покриттів на титановому сплаві ВТ-8 та спресованих матеріалах з титанового порошку з додаванням алюмінієвої пудри у співвідношенні 1:1 та порівняти отримані залежності.

Зразки з порошкових матеріалів пресувалися за різних тисків: 50 МПа, 200 МПа та 390 МПа. Пресування проводили в прес-формах під тиском після попереднього тривалого формування суміші порошків у спеціальному змішувачі. На отриманих зразках без попередньої термічної обробки синтезували оксидокерамічні покриття в лужних електролітах на основі дистильованої води. Титановий сплав у електроліті складу 5 г/л КОН + 5 г/л рідкого скла, а спресовані матеріали – 3 г/л КОН + 2 г/л рідкого скла.

**Метод досліджень.** Відомо, що на вентиляльних матеріалах можливе формування покриттів з заданими властивостями. Покриття утворюються в електричному полі, яке є джерелом енергії на плазмохімічних реакцій на робочому електроді. З [1, 2] відомо, що збільшення напруги в системі метал електроліт поділяють на три характерні області анодного процесу: 1 – фарадеївська (область в якій проходять процеси анодування); 2 – іскріння; 3 – мікродугових розрядів. При збільшенні позитивного потенціалу протікає процес окислення, в результаті якого вивільняються електрони (фарадеївська область). Подальше зростання потенціалу приводить до іскрового пробою напівпровідникової або діелектричної плівки, яка утворилась на зразку (іскріння). Пробій виникає в результаті інжекції електронів із забороненої зони в зону провідності під дією електричного поля. В розрядному каналі під дією напруженості електричного поля відбувається іонізація металу основи та електроліту, швидко зростає температура та формується плазмовий згусток в якому походять плазмохімічні реакції синтезу покриття. Подальше зростання потенціалу переводить розряд у стадію мікродуги. Процеси, що відбуваються в розрядних каналах та їх околі описані в роботах [3 - 6]. В них також встановлено, що при подальшому рості напруження виникає зростання розміру плазмової бульбашки, який супроводжується різким тепловим збільшенням її об'єму, і, відповідно, міжелектродної відстані в палаючому розряді. Для його підтримання починає не вистачати енергії і іскровий чи мікродуговий розряд згасає. Після згасання розряду бульбашка різко охолоджується та стискається, що супроводжується характерним потрескуванням. Гальванолюмінесценцію, іскрові та мікродугові розряди на аноді, електричний пробій анодних оксидних плівок та оксидокерамічних покриттів, які відбуваються в процесі ПЕО, активно продовжують досліджувати і в наш час [7]. Вони несуть інформацію про склад та параметри плазмових розрядів та реакції формування та фазових перетворень в оксидокерамічних покриттях.

Синтез оксидокерамічного покриття проводили на сплаві ВТ-8 та на спресованих зразках зі складом: порошок Ті – 50% та алюмінієва пудра – 50%. Джерелом живлення використовували установку ІМПЕЛОМ, виготовлену в Фізико-механічному інституті НАН України. Співвідношення густин катодного до анодного струмів  $I_a/I_c=1$  та 1,5.

Електричні параметри синтезу анодно-іскрового покриття підбирали, в основному, експериментально, без належного теоретичного обґрунтування. Проте саме густина струму та напруга визначають характер та інтенсивність розрядів, температурні умови плазмових розрядних каналів на поверхні сплаву та впливають на функціональні характеристики утвореного покриття [3-5]. За характером кінетичних залежностей напруги при постійній густині струму, визначали стадії процесу синтезу оксидокерамічних покриттів. В даній роботі фарадеївські області не досліджували оскільки джерело живлення дає можливість забезпечити швидкий ріст густини струму та швидкий перехід з режиму анодування в мікроіскровий режим.

**Результати та їх обговорення.** Часові залежності напруги в процесі синтезу оксидокерамічних покриттів на титановому сплаві за різних густин анодного та катодного струмів зображені на рис. 1. Дослідження напруги синтезу покриття проводили у системі титановий сплав – лужний електроліт. В перші 3...5 хвилин, коли формуються іскрові розряди, складові анодної та катодної напруги зростають на 5...10 В від початкових значень. Збільшення напруги спостерігається на всіх досліджуваних системах з однаковою закономірністю, яка залежить від густини струму (рис. 1, криві 1 – 4 табл. 1). Після того, як утворились мікроіскрові розряди характер кривої міняється і вона незначно спадає. При постійній густині струму на ділянці А-В під час формування оксидного покриву залежність напруги від часу синтезу в заданому діапазоні є стабільною та майже прямолінійною. Зі збільшенням густини струму напруга на аноді зростає протягом 3 – 10 хвилин синтезу. При цьому підвищення напруги супроводжується зменшенням кількості мікророзрядів та зростання їх розмірів і потужності. Це, очевидно, пов'язано з ростом товщини та діелектричних властивостей оксидної плівки, яка швидко формуються за високої густини струму (див. криві 1, 2 рис.1) та відповідно зростанням напруженості електричного поля

необхідної для пробую оксидної плівки сформованої на поверхні сплаву порівнянно з покриттями, що утворюються за менших густин струмів (див. криві 3, 4 рис.1).

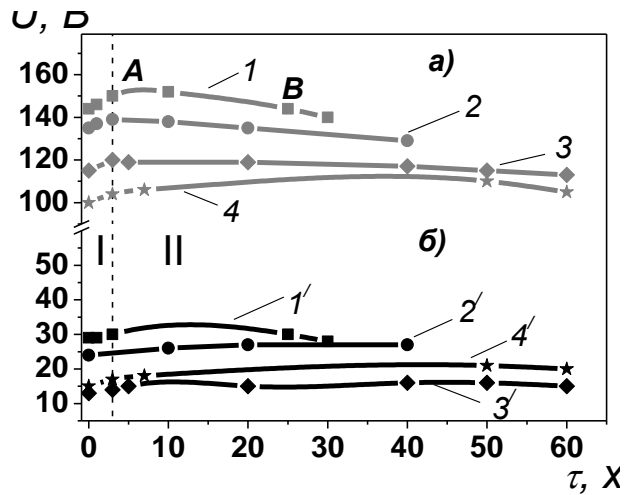


Рис. 1. Криві напруг анода (а) та катода (б) в залежності від часу синтезу оксидокерамічних покриттів на титанових сплавах в електроліті 5г/л КОН+5 г/л рідкого скла

Ріст товщини оксидокераміки приводить до локалізації носіїв струму на місцях в яких напруженість електричного поля є достатньою для переведення електронів в зону провідності та формування плазмового розрядного каналу. В [3, 4] показано, що для забезпечення достатньої кількості носіїв заряду та відновлення складу електроліту використовують анодні та катодні імпульси. Причому зростання густини катодного струму приводить до підвищення швидкості росту покриття, що впливає з значень напруг у зразках 2-2' та 3-3'.

Таблиця 1. Значення анодної та катодної напруг на робочому електроді в залежності від режимів обробки титанового сплаву

№	Склад електроліту, г/л		$I_a/I_c$ , А/дм <sup>2</sup>	$\tau$ , хв	$U_a$ , В	$U_c$ , В
	КОН	рідке скло				
1-1'	5	5	20/20	30	150-140	28-30
2-2'			10/15	40	135-130	25-28
3-3'			10/10	60	115-118	13-16
4-4'			5/10	60	100-110	15-21

На рис.2 приведена зміни напруги залежно від густини катодних та анодних струмів. Зменшення густин струмів приводить до зменшення заряду, який пройшов через зразок і, відповідно, до меншої товщини утвореного покриття. Це, в свою чергу приводить до менших напруг, які потрібно прикласти для формування плазмових каналів на поверхні покриття.

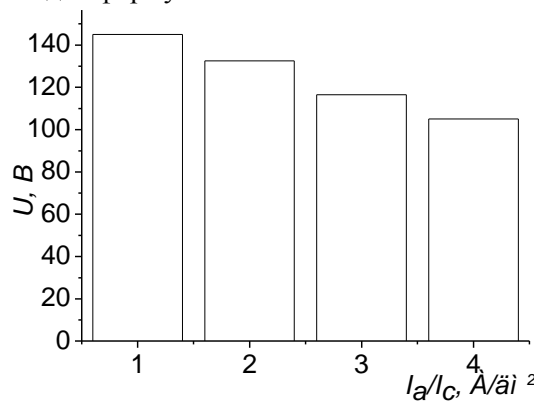


Рис. 2. Зміна напруги залежно від різної густини струмів на аноді та катоді: 1 –  $I_a/I_c=20/20$  А/дм<sup>2</sup>, 2 –  $I_a/I_c=10/15$  А/дм<sup>2</sup>, 3 –  $I_a/I_c=10/10$  А/дм<sup>2</sup>, 4 –  $I_a/I_c=5/10$  А/дм<sup>2</sup>

Дослідження проводили і на титаново-алюмінієвих матеріалах, виготовлених методом порошкового пресування (рис. 3, табл. 2).

В результаті проведених експериментів на матеріалах спресованих з порошків було виявлено, що плазма формується протягом 3...7 хв (початкова ділянка кривих 1 – 3 рис. 3), напруга в цій області зростає приблизно на 30 – 40 В. З ростом часу синтезу напруга на аноді плавно спадає. Збільшення анодного потенціалу поза фарадеївську ділянку призводить до пробую діелектричної або напівпровідникової плівки анода, яка формується при на початку синтезу ОКП.

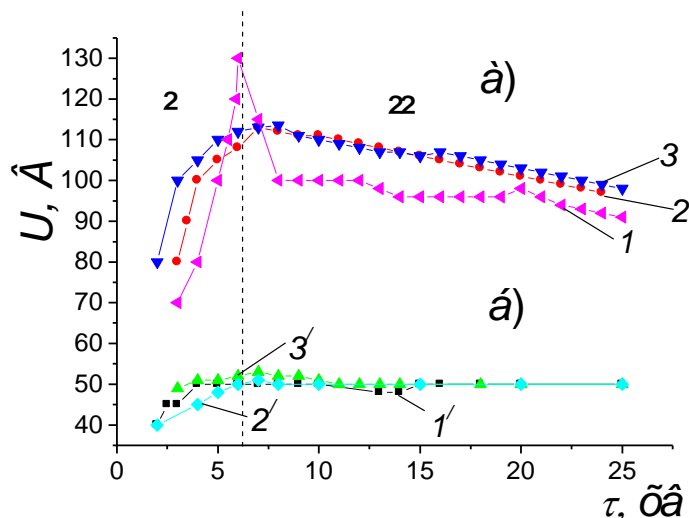


Рис. 3. Криві напруг анода (а) та катода (б) в залежності від часу синтезу оксидокерамічних покриттів на спресованих матеріалах в електроліті 3г/л КОН+2 г/л рідкого скла

На пресованих порошкових матеріалах анодні напруги мають чіткий максимум, який виникає після 5 ... 8 хвилин синтезу оксидокерамічного покриття. Катодні напруги після зростання на 10 – 15 В приймають постійні значення, які на 20 – 25 В вищі ніж для суцільного титанового сплаву ВТ-8.

Чіткі піки на анодних напругах спостерігаються підчас синтезу оксидокерамічних покриттів на алюмінієвих сплавах [8] і свідчать про зміну фазового складу оксидокерамічного покриття в процесі синтезу. Подібні зміни відбуваються і в ПЕО покриттях на порошкових матеріалах. Це особливо чітко спостерігаються при окисуванні порошкових зразків спресованих за тиску 390 МПа.

Таблиця 2. Значення анодної та катодної напруг на робочому електроді в залежності від режимів обробки спресованого матеріалу

№	Склад електроліту, г/л		P, МПа	$U_a$ , В	$U_c$ , В
	КОН	рідке скло			
1-1'	3	2	390	70-97	48-50
2-2'			200	80-98	49-50
3-3'			50	70-91	40-50

ОКП на суцільному сплаві ВТ-8 складається з рутилу і анатазу, співвідношення яких залишається постійним в процесі синтезу [7].

**Висновки.** В результаті проведених експериментів виявили, що покриття на титановому сплаві синтезується рівномірніше в порівнянні з його синтезом на спресованому матеріалі. Найбільш імовірно це пов'язано з провідністю оксидокерамічних покриттів та зміною їх фазового стану особливо у пресованих порошкових матеріалах.

Встановлено, що електрофізичні параметри процесу синтезу ОКП на спресованому порошковому матеріалі залежить від режиму пресування. Вищі тиски пресування забезпечують стрибкоподібне зростання I етапу формування ОКП, що, очевидно, пов'язано з більш щільною утвореною матрицею, фазовий склад ОКП якої різко міняється в процесі синтезу. Для

підтвердження або спростування даних припущень потрібно дослідити фазовий склад ОКП та пресованих порошкових матриць. Зміна характеру часових залежностей напруги дає інформацію про експлуатаційні параметри високотемпературних оксидокерамічних покриттів.

1. Хенли В.Ф. Анодное оксидирование алюминия и его сплавов. – Мир.: Металлургия, 1986. – 152 с.
2. Францевич И.Н., Пилянкевич А.Н., Вольфсон А.И. и др. Анодные оксидные покрытия на металлах и анодная защита. – Киев.: Наукова думка, 1985. – 280 с.
3. Клапків М. Д. Моделювання синтезу оксидокерамічних покриттів у розрядних каналах системи “метал-електроліт”// Фізико-хімічна механіка матеріалів. – 1999. - №2. – С. 111 – 116.
4. Сніжко Л.О. Перенос заряду в системи метал оксид електроліт і утворення покриттів методом анодно-іскрового електролізу: Автореф. дис. док. хім. наук. Дніпропетровськ, 1993. – 36 с.
5. Суминов И.В., Эпельфельд А.В., Борисов А.М., Романовский Е.А., Беспалова О.В. Микродуговое оксидирование защищает металл // Наука в России.- 1999.- № 4.- С. 21-25.
6. James W. J. Straumanis M. E. and Jonson J. W. Anodic disintergration of metals undergoing electrolysis in aqueous salt solution // Corrosion. – 1967. 23. №1 – P. 15-23.
7. Клапків М. Д., Повстяна Н. Ю., Никифорчин Г. М. Створення конверсійних оксидокерамічних покриттів на цирконієвих та титанових сплавах // Фізико-хімічна механіка матеріалів. – 2006. - № 2. – С.117—124.
8. Клапків М. Д. Визначення фізико-хімічних параметрів процесу синтезу в електролітній плазмі оксидокерамічних покриттів на алюмінієвих сплавах. – автореф. дис. канд. техн. наук. – Львів, 1996. 19 с.

Стаття надійшла в редакцію 20.03.2015.