

Исследование влияния режимов микродугового оксидирования на морфологию и параметры оксидного покрытия, наносимого на алюминиевый сплав Д16АТ

© 2023

Бао Фэнъюань^{1,3}, младший научный сотрудник, инженер-исследователь
Башков Олег Викторович^{*1,4}, доктор технических наук, профессор,
заведующий кафедрой «Материаловедение и технология новых материалов»
Чжан Дан^{2,5}, доктор технических наук, профессор, заведующий лабораторией «Машиностроение»
Люй Лань^{1,2}, аспирант

Башкова Татьяна Игоревна^{1,6}, кандидат технических наук, доцент

¹Комсомольский-на-Амуре государственный университет, Комсомольск-на-Амуре (Россия)

²Хэйлунцзянский университет науки и технологий, Харбин (Китай)

*E-mail: bashkov@knastu.ru

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5762-7953>

⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3910-9797>

⁵ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4150-7038>

⁶ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-7070-5821>

Поступила в редакцию 06.12.2022

Принята к публикации 19.01.2023

Аннотация: Эффективным способом защиты вентиляльных металлов и их сплавов является метод микродугового оксидирования (МДО), в настоящее время применяемый в различных отраслях. Однако для достижения желаемых характеристик и свойств оксидных покрытий требуется большое число экспериментов по определению оптимального режима оксидирования, что делает метод МДО трудоемким и ресурсозатратным. Одним из путей решения данной проблемы является поиск информативного параметра или нескольких параметров, использование которых при мониторинге процесса оксидирования позволит установить связь между режимами МДО и заданными характеристиками оксидных покрытий. В работе изучено влияние заданных технологических режимов МДО (плотности тока, времени оксидирования, регистрируемой в процессе МДО амплитуды сигналов акустической эмиссии (АЭ)) на морфологию и параметры оксидных покрытий (толщину δ и шероховатость поверхности R_a), наносимых на алюминиевый сплав Д16АТ, плакированный чистым алюминием. Многофакторное планирование эксперимента и проведенный регрессионный анализ позволили установить связь между двумя факторами оксидирования (плотностью тока и временем оксидирования) и параметрами получаемых покрытий. Предложен дополнительный фактор, определяемый в режиме мониторинга в процессе оксидирования как время от момента достижения максимума или минимума регистрируемой в процессе МДО амплитуды АЭ до окончания процесса оксидирования. Установлено, что введение дополнительного фактора позволяет существенно повысить достоверность зависимости между параметрами покрытий, получаемыми экспериментально и расчетным методом на основе регрессионного анализа. Отмечено, что при выполнении МДО высокая достоверность между расчетными и фактическими значениями параметров оксидных покрытий может быть достигнута при дополнительном мониторинге процесса МДО путем регистрации амплитуды АЭ.

Ключевые слова: микродуговое оксидирование; оксидное покрытие; акустическая эмиссия; многофакторный анализ; морфология поверхности; алюминиевый сплав; Д16АТ; сплавы вентиляльной группы.

Благодарности: Работа выполнена при поддержке гранта Президента РФ для государственной поддержки ведущих научных школ Российской Федерации (проект НШ-452.2022.4).

Для цитирования: Бао Ф., Башков О.В., Чжан Д., Люй Л., Башкова Т.И. Исследование влияния режимов микродугового оксидирования на морфологию и параметры оксидного покрытия, наносимого на алюминиевый сплав Д16АТ // Frontier Materials & Technologies. 2023. № 1. С. 7–21. DOI: 10.18323/2782-4039-2023-1-7-21.

ВВЕДЕНИЕ

Покрытия, полученные методом микродугового оксидирования (МДО) на деталях из металлов и сплавов вентиляльной группы, выделяясь многими ценными технологическими и эксплуатационными качествами (износостойкостью, термостойкостью, электроизоляционными свойствами), занимают особое место среди применяемых в промышленности методов поверхностной обработки. Метод МДО, подобно анодному оксидированию, заключается в окислении под действием элект-

рического тока в электролите поверхностей таких металлов, как алюминий, магний, титан, а также других вентиляльных металлов. В отличие от анодного оксидирования, при МДО используются не концентрированные кислоты, а смеси различных видов солей или щелочей с низкой концентрацией. Оксидирование осуществляется при действии микродуговых разрядов, формируемых генератором импульсов высокого напряжения положительной полярности. Амплитуда импульсов может достигать 400–600 В [1], а частота следования импульсов зависит от типа генератора. В настоящее

время технология МДО не получила широкого распространения по ряду причин, к которым относится отсутствие систематизации взаимосвязей параметров, которая содержала бы практические рекомендации по достижению оптимального режима оксидирования [2].

Первоначально считалось, что оптимизация технологии МДО должна основываться только на углубленном изучении механизма МДО для выявления процесса образования оксидного покрытия. Исследования в этом направлении действительно достигли значительных результатов на ранней стадии развития технологии МДО. Например, эффективные компоненты в электролите, участвующие в процессе обработки МДО, определены на основе исследования принципа электрохимической реакции. Направление оптимизации электропитания для МДО определено на основе изучения механизма электрического пробоя [3–5].

Однако при изучении механизма микродугового окисления появились различные модели интерпретации процесса образования оксидного покрытия. Модели, признанные большинством ученых, включают: модель пробоя пузырьков на аноде, модель образования оксида на аноде с использованием напряжения пробоя U_B , модели на основе туннельного и лавинного эффектов и др.

Развитие фундаментальных исследований технологии МДО несколько ограничено отсутствием единой теоретической модели. Объем исследований механизма МДО в последние годы постепенно снижается. В то же время большое число исследований сосредоточено на оптимальном выборе параметров процесса МДО с использованием «метода оптимизации». В большинстве работ используется метод планирования многофакторного эксперимента с последующим определением корреляции между факторами обработки и параметрами свойств полученного покрытия. Это позволяет установить технические критерии для эффективного управления производством в определенных условиях [6–8]. Подобные исследования способствовали значительному развитию технологии МДО и сделали возможным применение МДО в различных отраслях.

Однако, ввиду разнообразия факторов МДО, влияющих на свойства и параметры формируемых оксидных покрытий, и видов широко применяемых сплавов вентильных металлов, необходимо проведение систематических исследований, включающих проведение экспериментов в различных условиях и использующих эффективные методы анализа результатов [9].

В настоящее время перспективным направлением исследований, направленным на решение отмеченных проблем, стал поиск сопутствующего параметра, комбинированного с факторами обработки, который бы обеспечивал комплекс свойств получаемых методом МДО покрытий в реальном времени. На основе данной концепции были предложены различные методы контроля процесса МДО: метод контроля электрических параметров в обратной цепи [10], метод визуального контроля микродуг с помощью высокоскоростной фотокамеры [11], метод индуктивного измерения толщины покрытия в реальном времени [12], метод накопления событий акустической эмиссии в процессе МДО [13–15].

Согласно теории пробоя рост оксидных покрытий основан на формировании расплавленных после высоковольтного пробоя и затвердевших на поверхности

металла оксидов. Рассеиваемая при дискретном высоковольтном пробое энергия в основном преобразуется в температуру, а некоторая часть энергии преобразуется в упругие волны, распространяющиеся в материале. Регистрируемые в процессе МДО сигналы акустической эмиссии (АЭ) могут нести информацию об источнике дискретного электрического пробоя в процессе МДО [16]. Таким образом, параметры регистрируемых сигналов АЭ могут быть использованы для описания кинетики роста оксидного покрытия в реальном времени.

Особенности технологии МДО затрудняют контроль каких-либо параметров формируемого покрытия в процессе обработки. Одними из основных наиболее востребованных параметров, определяющих свойства и качество оксидных покрытий, получаемых при МДО, являются толщина и шероховатость поверхности. Данные параметры наиболее часто встречаются в литературе и максимально характеризуют МДО-покрытия с технологической и эксплуатационной точек зрения.

Цель исследования – установление зависимости толщины и шероховатости оксидного покрытия от режимов микродугового оксидирования и поиск возможности контроля параметров формируемого оксидного покрытия в реальном времени методом акустической эмиссии.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

Материал и образцы

Образцы, используемые при оксидировании, представляли собой пластины толщиной 2 мм размером 20×20 мм, вырезанные из листа алюминиевого сплава Д16АТ в естественно состаренном состоянии и плакированного с обеих сторон чистым алюминием толщиной 100 мкм.

Установка для микродугового оксидирования

Схема реализации МДО приведена на рис. 1. С помощью фиксатора образец закрепляется в ванне с электролитом. Преобразователь акустической эмиссии (ПАЭ) подключается к широкополосному усилителю и устанавливается на образце выше фиксатора для предотвращения попадания электролита на электрически изолированный от образца корпус ПАЭ. Управление источником питания установки МДО, регистрацию электрических параметров оксидирования (напряжения, тока), а также регистрацию сигналов АЭ в процессе оксидирования осуществляет модуль регистрации и управления. Установка МДО может использоваться в двух режимах: ограничения по напряжению и ограничения по максимальному току. Это дает возможность регулировать характер и механизм роста оксидной пленки.

Установка обеспечивает формирование однополярных импульсов положительной полярности. Схема установки построена на трехфазном двухполупериодном выпрямителе с тиристорным управлением. Электронная схема установки работает под управлением компьютера со специализированным программным обеспечением. Выпрямитель формирует импульсы напряжения с частотой 300 Гц и регулируемой длительностью, которая определяется током или напряжением оксидирования в соответствии с заданным режимом. В работе использовался режим ограничения по максимальному току.

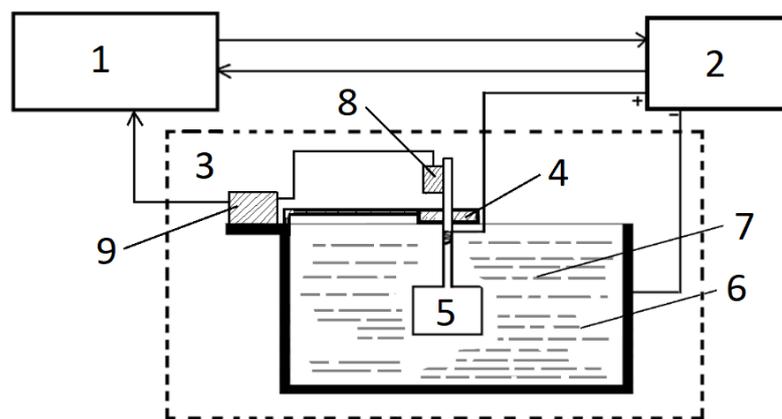


Рис. 1. Схема установки МДО и регистрации данных:
 1 – модуль регистрации и управления; 2 – источник питания; 3 – ячейка для выполнения оксидирования;
 4 – фиксатор; 5 – образец; 6 – ванна; 7 – электролит;
 8 – преобразователь акустической эмиссии (ПАЭ); 9 – усилитель

Fig. 1. The scheme of a unit for MAO and data registration:
 1 – registration and control module; 2 – power source; 3 – oxidation cell;
 4 – clamp; 5 – sample; 6 – bath; 7 – electrolyte;
 8 – acoustic emission transducer (AET); 9 – amplifier

Для предотвращения нагрева электролита выше 40 °С в процессе оксидирования использовалось его термостатирование с помощью водоохлаждающего змеевика, находящегося в ванне, изготовленной из нержавеющей стали и выполняющей роль катода. МДО всех образцов выполняли в электролите состава $\text{Na}_2\text{SiO}_3 + \text{KOH} + \text{дистиллированная вода}$ [17; 18].

Регистрация и анализ сигналов АЭ выполнялись с использованием системы на базе аналогово-цифрового преобразователя Adlink PCI-9812 и программного обеспечения AE Pro 2.0. В качестве преобразователя АЭ использовался широкополосный ПАЭ модели GT301 с частотным диапазоном 50–550 кГц. Коэффициент усиления усилителя сигналов АЭ составлял 40 дБ. ПАЭ устанавливался на пластине из алюминиевого сплава Д16АТ, являющейся продолжением образца.

Методика проведения эксперимента

В данной работе применение методики многофакторного планирования и анализа позволило определить степень взаимосвязи факторов процесса МДО, а также их влияние на параметры получаемых оксидных покрытий. Варьируемыми факторами являлись значение плотности тока оксидирования i и время окисления t .

Режимы оксидирования, заданные матрицей планирования двухфакторного эксперимента, представлены в таблице 1.

Во время оксидирования регистрировали действующее значение импульсного напряжения оксидирования U_d на нагрузке в цепи обратной связи. Этот параметр необходим для управления процессом МДО после установления связи между заданными режимами и искомыми значениями параметров покрытий.

Таблица 1. Матрица факторного планирования эксперимента
Table 1. The experiment factor planning matrix

Фактор	Образцы								
	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

Примечание. Цифра после буквы D в обозначении образцов означает порядковый номер серии испытаний, проводимых во время исследований, и не связана с номером факторного планирования эксперимента. В каждой серии выполнялось как минимум по три эксперимента, позволяющих обеспечить его статистическую повторяемость и достоверность.

Note. A number after the letter D in the designation of samples indicates the numerical order of a test series conducted during the research and is not associated with the number of experiment factor planning. At least three experiments were performed in each series to ensure its statistical repeatability and reliability.

После оксидирования, выполненного в запланированных режимах, образцы промывали в дистиллированной воде и обезжиривали. Далее проводили анализ поверхности, который выполнялся на сканирующем электронном микроскопе (СЭМ) Hitachi S-3400N в двух режимах: режиме вторичных электронов (SE) для наблюдения каналов, образованных в результате МДО, и режиме обратно-рассеянных электронов (BSE) для изучения рельефа поверхности.

В качестве информативных параметров получаемого оксидного покрытия были выбраны толщина δ и шероховатость поверхности R_a . Толщина покрытий определялась на СЭМ после подготовки поперечных шлифов. Шероховатость R_a определялась портативным измерителем шероховатости TR200.

Для установления связи заданных режимов МДО с параметрами получаемых оксидных покрытий использовался регрессионный анализ. Методика состоит в решении уравнений линейной регрессии с использованием параметров режимов МДО (плотности тока оксидирования i и времени окисления t) в качестве входных варьируемых факторов, а также значений параметров полученных оксидных покрытий (толщины δ , шероховатости поверхности R_a) в качестве выходных результатов. Новизна исследования заключается в использовании дополнительного фактора – амплитуды АЭ, регистрируемой в режиме мониторинга в течение всего процесса оксидирования. Помимо параметров плотности тока и общего времени окисления, использовался параметр, определяемый как период времени от фиксируемого в процессе МДО момента циклического изменения амплитуды АЭ до окончания процесса оксидирования. В работе рассматриваются результаты исследования получаемых в зависимости от заданных режимов МДО оксидных покрытий. В качестве дополнительного фактора использованы различные периоды циклического изменения амплитуды АЭ. Предложенный подход позволяет повысить достоверность между расчетными и экспериментальными значениями параметров оксидных покрытий.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

По заданным в таблице 1 режимам были проведены эксперименты по нанесению МДО-покрытий. В зависимости от заданных режимов в процессе оксидирования

изменялось 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 образца, оксидированного при плотности тока $i=48 \text{ А/дм}^2$, приведен на рис. 2. Стрелками на рисунке отмечены временные периоды оксидирования для образцов: $t=180 \text{ с}$ для D11, $t=900 \text{ с}$ для D5, $t=1620 \text{ с}$ для D19.

На рис. 3 приведены СЭМ-изображения поверхностей МДО-покрытий, полученных в соответствии с режимами, указанными в таблице 1, при плотности тока $i=48 \text{ А/дм}^2$ и ограничениях по времени, отмеченных на рис. 2.

Из рис. 3 видно, что равномерность поверхности значительно снижается с увеличением времени обработки. В начальный период МДО низкое напряжение пробоя не приводит к образованию расплавленных оксидов на поверхности образца из-за низкой интенсивности микродуговых разрядов. Кроме того, приблизительно одинаковые диэлектрические свойства оксидного слоя вдоль всей поверхности позволяют равномерно распределить на образце плотную сетку микродуговых разрядов. Однако повышенная плотность тока в выступающих частях подложки приводит к относительно шероховатой поверхности в локальных зонах. В целом шероховатость исходной поверхности подложки оказывает большое влияние на качество результирующего МДО-покрытия, так как морфология оксидного покрытия на данной стадии повторяет поверхность подложки, усиливая рельеф.

На рис. 3 с показана морфология поверхности покрытия в следующий период оксидирования, ограниченный временными границами эксперимента (образец D19 на рис. 2). По изображению, полученному с помощью СЭМ в режиме SE, видно, что диаметр каналов в данном периоде оксидирования практически не увеличился. Однако увеличились неравномерность рельефа и распределение каналов по поверхности, вызванные образованием расплавленных оксидов, перекрывающих существующие каналы в результате локальных интенсивных микродуговых разрядов. Неравномерное распределение мест пробоя привело к значительному увеличению шероховатости поверхности покрытия.

Трехмерные графики (рис. 4), полученные с помощью кубической интерполяции экспериментальных

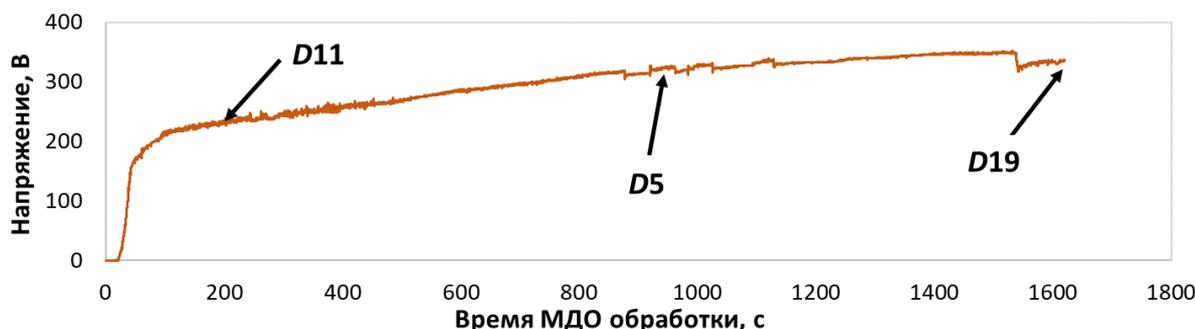


Рис. 2. Диаграмма зависимости напряжения от времени МДО
Fig. 2. The diagram of the voltage dependence on the MAO time

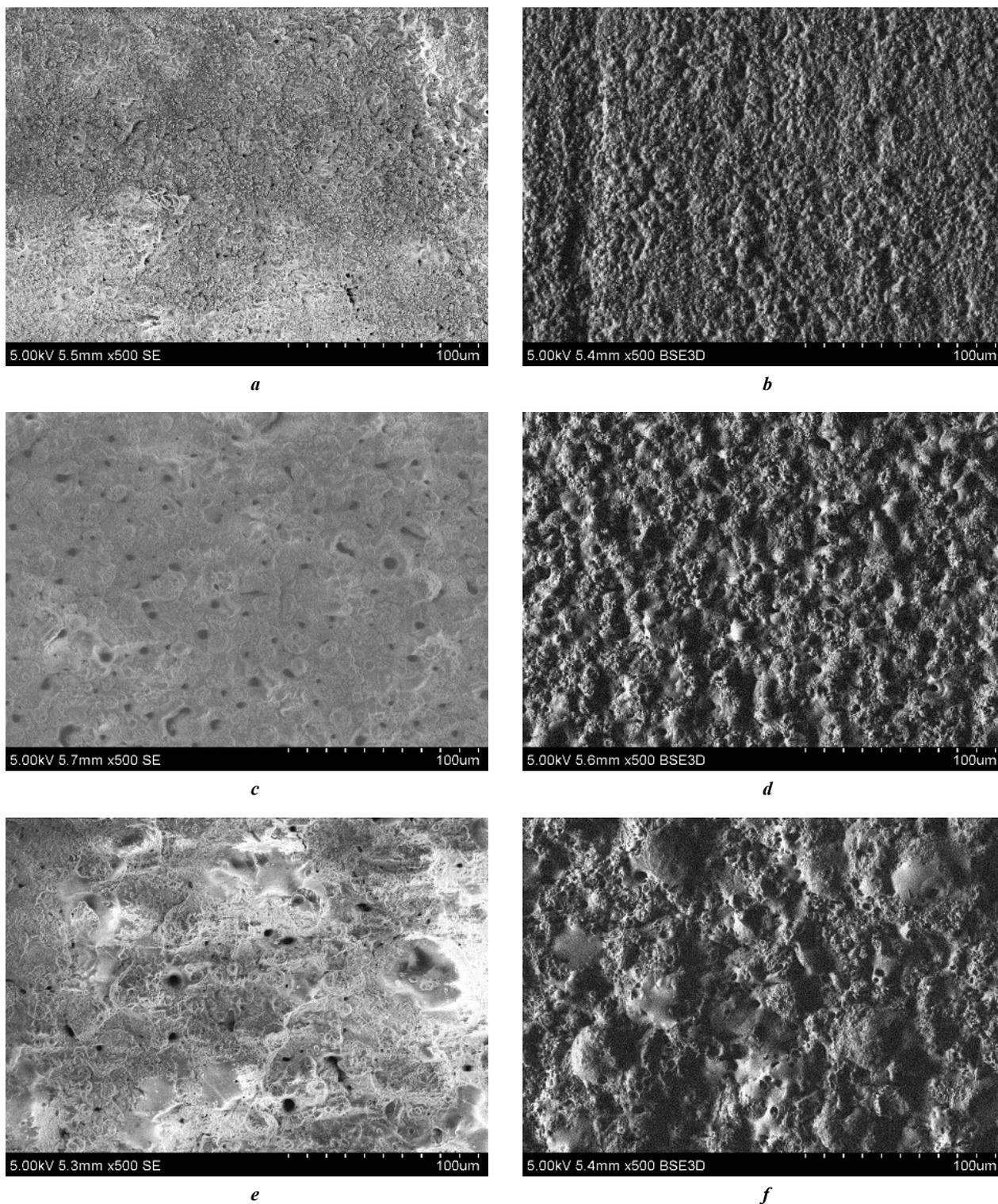


Рис. 3. Морфология поверхности МДО-покрытия для образцов:

a, b – D11; c, d – D5; e, f – D19

Fig. 3. MAO-coating surface morphology for the samples:

a, b – D11; c, d – D5; e, f – D19

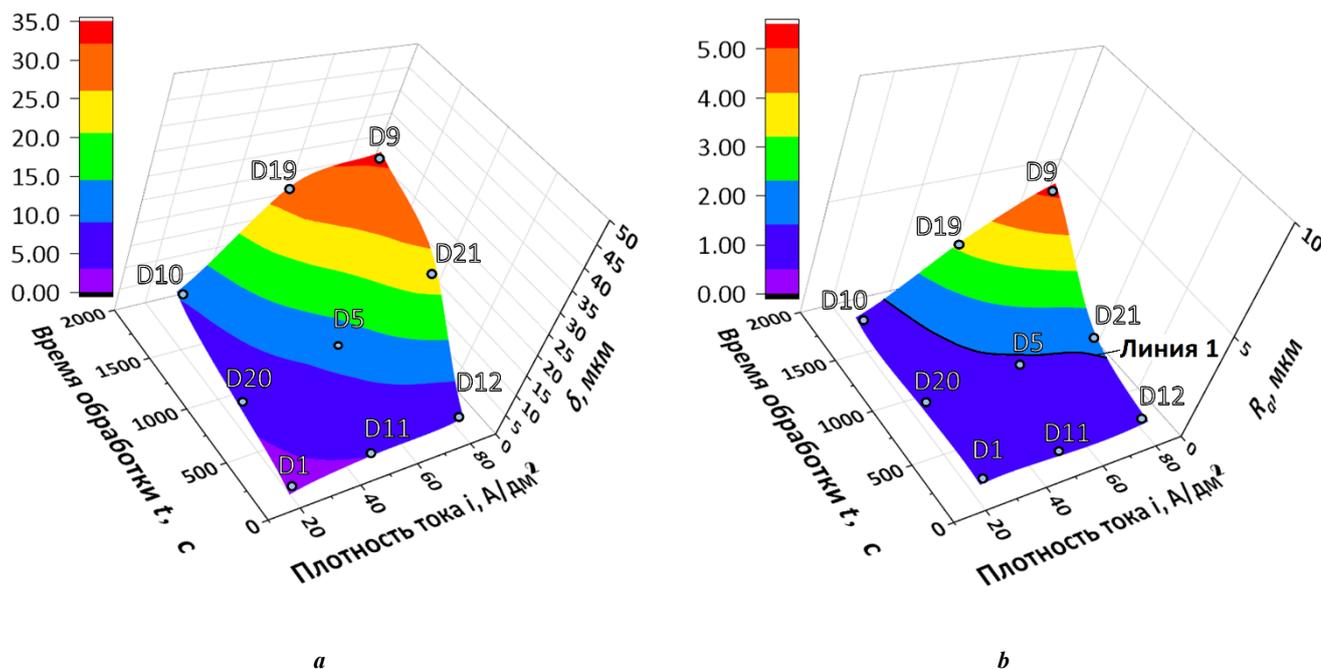


Рис. 4. Трехмерные зависимости параметров МДО-покрытий от заданных факторов: *a* – $\delta(i, t)$; *b* – $R_a(i, t)$
 Fig. 4. 3-D dependences of the MAO-coating parameters on the specified factors: *a* – $\delta(i, t)$; *b* – $R_a(i, t)$

данных значений параметров оксидных покрытий (δ и R_a) от режимов МДО (i, t). Это необходимо при выборе диапазона оптимальных параметров обработки. На графиках трехмерной зависимости точками отмечены экспериментальные значения измеряемых параметров, полученные при заданных режимах МДО.

Из трехмерных зависимостей можно видеть, что значения δ и R_a не во всем диапазоне имеют одинаковую функцию роста измеряемого параметра от заданных факторов (i, t) [19], и в определенном диапазоне значений факторов существенного изменения параметров δ и R_a не наблюдается.

Для установления зависимости между режимами МДО и параметрами полученных покрытий был выполнен регрессионный анализ. Полученные регрессионные уравнения измеренных в процессе МДО параметров покрытия δ и R_a и одного из электрических параметров оксидирования (действующего значения импульсного напряжения оксидирования U_D) представлены в формулах:

$$\delta = -12,199 + 0,2819 \times i + 0,0123 \times t;$$

$$R_a = -1,275 + 0,0327 \times i + 0,0015 \times t;$$

$$U_D = 95,37 + 2,1875 \times i + 0,0757 \times t.$$

В таблице 2 приведены значения параметров покрытия δ и R_a , полученных экспериментально и рассчитанных в результате решения уравнений линейной регрессии с использованием соответствующих режимов МДО для каждого образца.

Из рис. 5 а видно, что зависимости как экспериментальных, так и расчетных значений толщины покрытия δ от напряжения U_D имеют достаточно высокую достоверность линейной аппроксимации и практически сходятся между

собой. Зависимости экспериментальных и расчетных значений шероховатости R_a от напряжения U_D не совпадают по графикам линейной аппроксимации (рис. 5 б), что объясняется наследственностью рельефа поверхности образца при низкой толщине оксидного покрытия.

Однако с практической точки зрения в качестве оценки достоверности использования линейной регрессионной модели информативным графиком может являться зависимость между «экспериментальными» и «расчетными» значениями параметров оксидных покрытий (рис. 6).

Приведенные зависимости показывают, что использование линейной регрессионной модели для определения δ и R_a расчетно и экспериментально имело недостаточную точность (уровень погрешности – 0,9 и 0,8 соответственно). В связи с этим было решено использовать дополнительные параметры, получаемые с помощью метода АЭ.

На рис. 7 приведены временные диаграммы амплитуды сигналов АЭ, регистрируемых в процессе МДО. Сигналы представляют собой единичные, периодически следующие в течение всего периода оксидирования импульсы. Период следования сигналов АЭ зависит от частоты генератора импульсов установки МДО. Амплитуда и другие параметры сигналов АЭ зависят от режима и особенностей оксидирования. Что касается временной зависимости амплитуды сигналов АЭ (рис. 7), на диаграммах наблюдаются различия в зависимости от установленных значений тока i и времени t , прошедшего от начала оксидирования. Необходимо отметить, что характер изменения амплитуды регистрируемых в начальный период оксидирования сигналов АЭ сохраняется вне зависимости от плотности тока i . В зависимости от режимов оксидирования может наблюдаться несколько циклов увеличения и последующего снижения амплитуды регистрируемых сигналов АЭ. Однако период, в течение которого протекает цикл изменения амплитуды АЭ, для разных значений плотности тока оксидирования различен.

Таблица 2. Значения параметров МДО-покрытия
Table 2. Values of MAO-coating parameters

№ образца	Параметры МДО-покрытия					
	Экспериментальные значения			Расчетные значения		
	δ , мкм	R_a , мкм	U_D , В	δ , мкм	R_a , мкм	U_D , В
D20	5,4±0,8	0,77±0,08	198±10	6,33	0,79	212
D10	10,1±2,1	0,87±0,10	254±14	16,20	1,87	266
D11	4,1±1,0	0,71±0,11	254±14	3,80	0,56	214
D5	12,4±2,2	1,33±0,22	281±14	13,67	1,64	269
D19	28,4±2,7	3,16±0,34	348±15	23,53	2,72	323
D12	5,5±1,0	0,83±0,11	254±12	11,41	1,45	273
D21	24,6±2,6	1,84±0,25	343±16	21,27	2,53	328
D9	32,1±2,7	4,97±0,36	362±16	31,14	3,61	382

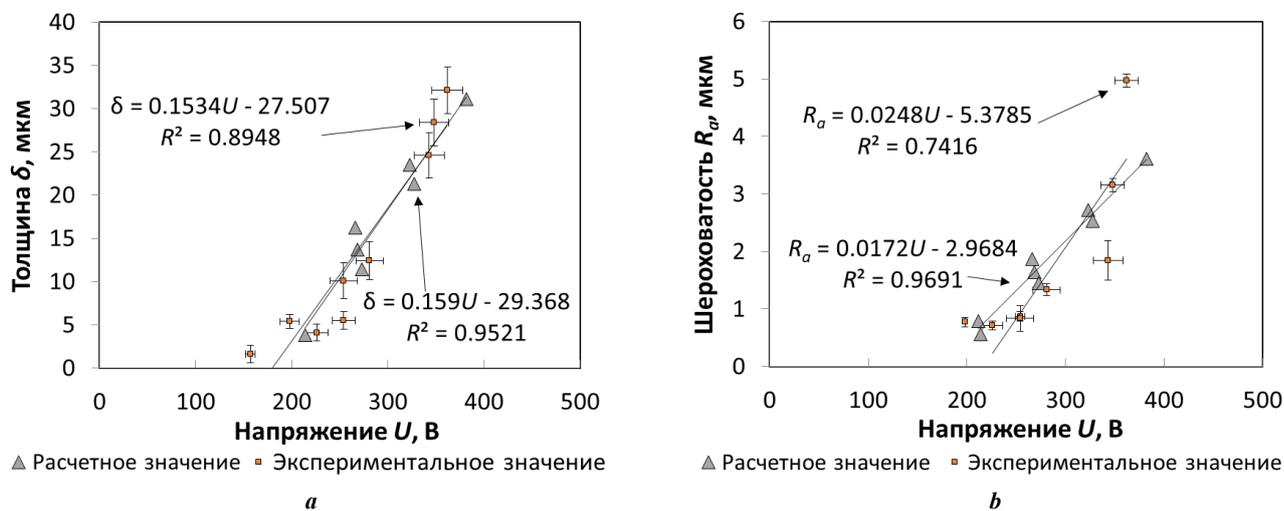


Рис. 5. Зависимости экспериментальных и расчетных значений параметров покрытий от напряжения U_D :

$a - \delta(U_D)$; $b - R_a(U_D)$

Fig. 5. The dependences of experimental and calculated values of the parameters of coatings on the voltage U_D :

$a - \delta(U_D)$; $b - R_a(U_D)$

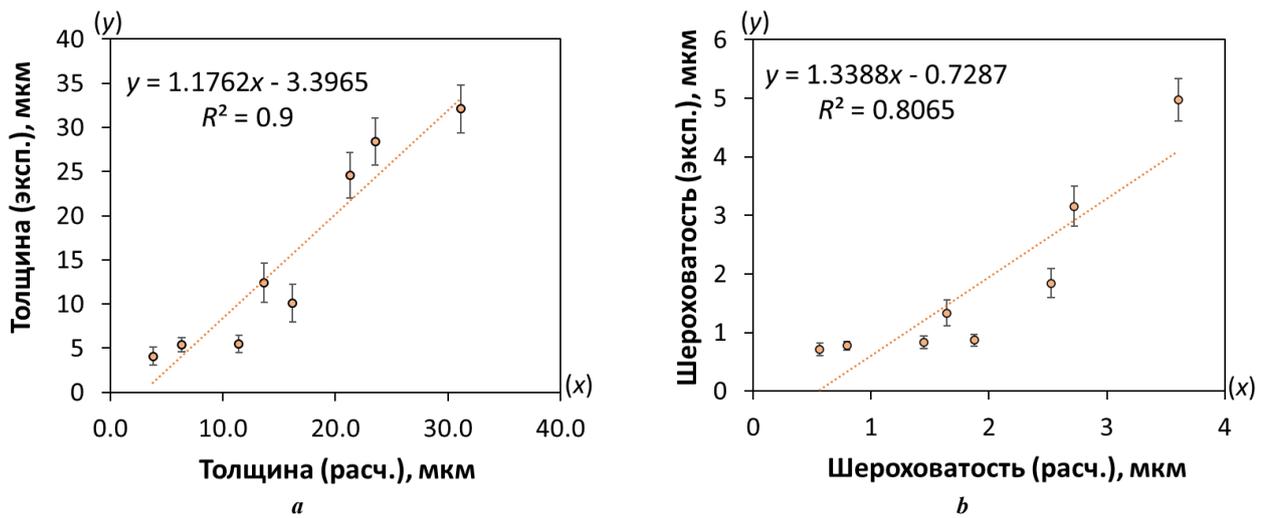


Рис. 6. График, связывающий экспериментальные и расчетные значения параметров МДО-покрытия:
a – толщина покрытия; *b* – шероховатость покрытия
Fig. 6. A graph relating the experimental and calculated values of the MAO-coating parameters:
a – coating thickness; *b* – coating roughness

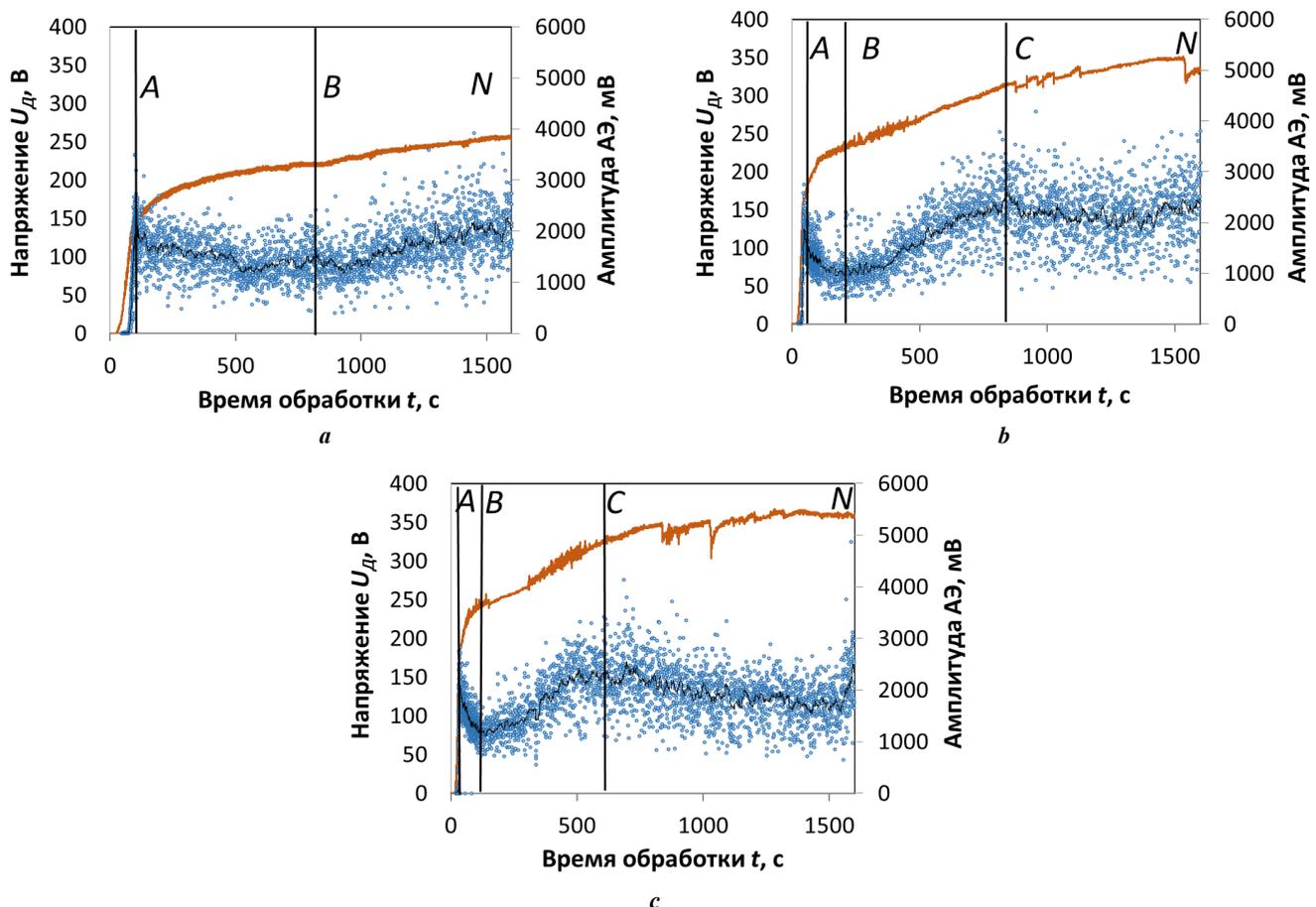


Рис. 7. Диаграммы временных зависимостей амплитуды АЭ и напряжения оксидирования, регистрируемых в процессе МДО:
a – образец D10; *b* – образец D19; *c* – образец D9.
 На диаграммах: А – граница стадий 1 и 2; В – граница стадий 2 и 3;
 С – граница стадий 3 и 4; N – завершение процесса МДО
Fig. 7. Time diagrams of the AE amplitude and oxidation voltage registered during MAO:
a – sample D10; *b* – sample D19; *c* – sample D9.
 In the diagrams: A – the boundary of the 1 and 2 stages; B – the boundary of the 2 and 3 stages;
 C – the boundary of the 3 and 4 stages; N – MAO process termination

Процесс изменения амплитуды регистрируемых сигналов АЭ можно разделить на 4 стадии. Границы стадий обозначены буквами и сопоставлены с изменением во времени значения регистрируемого напряжения U_d . Для количественной оценки значений амплитуды АЭ, регистрируемой в процессе МДО, в качестве дополнительного нового фактора использовались значения периодов времени (AN , BN и CN) с момента окончания каждой из стадий (OA , AB и BC соответственно) и до завершения процесса МДО. Данные периоды были использованы для построения линейных регрессионных уравнений и приведены в таблице 3 как факторы оксидирования P_1 , P_2 и P_3 .

Следует отметить, что в таблице 3 у некоторых режимов фактически отсутствуют значения параметров P_2 и P_3 . Это связано с тем, что при выборе режимов с коротким временем окисления или низким значением плотности тока процесс оксидирования до стадии P_2 или P_3 может не дойти.

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

$$\delta = 11,922 + 0,018 \times i - 0,2267 \times t + 0,2426 \times P_1;$$

$$R_a = 2,3277 - 0,0067 \times i - 0,0344 \times t + 0,0362 \times P_1.$$

Уравнения линейной регрессии при расчете значений параметров покрытия с использованием фактора P_2 имеют вид:

$$\delta = -7,8397 + 0,018 \times i - 0,0014 \times t + 0,0174 \times P_2;$$

$$R_a = -1,2374 - 0,0229 \times i + 0,00000955 \times t + 0,0026 \times P_2.$$

Уравнения линейной регрессии при расчете значений параметров покрытия с использованием фактора P_3 имеют вид:

$$\delta = -0,0001 + 60,3825 \times i + 8,5813 \times t - 8,5 \times P_3;$$

$$R_a = 1528,2181 - 9,1459 \times i - 1,31 \times t + 1,3 \times P_3.$$

В таблице 4 приведены значения параметров покрытия δ и R_a , полученных экспериментально и рассчитанных

ных посредством решения вышеуказанных уравнений с использованием дополнительного фактора.

На первой стадии OA до напряжения, равного 150–250 В, в определенный момент начинается достаточно быстрый рост амплитуды сигналов до значений в 2500–3000 мВ. Затем амплитуда сигналов начинает плавно снижаться. Чем больше плотность тока оксидирования, тем выше скорость снижения. Здесь и далее приводятся значения амплитуды сигналов, регистрируемых ПАЭ модели GT301, установленной на пластине из дюралюминия, которая выполняет роль волновода и является продолжением образца, используемого при оксидировании. По истечении определенного времени оксидирования амплитуда регистрируемых сигналов достигает определенного минимума (стадия AB), после чего рост амплитуды возобновляется и достигает нового максимума (стадия BC). Далее, в зависимости от длительности МДО, процесс изменения амплитуды регистрируемых сигналов АЭ может повториться. Еще один полный цикл снижения и последующего подъема амплитуды наблюдается при оксидировании образцов с плотностью тока 48 и 74 А/дм².

Как видно из рис. 7, на начальной стадии OA при высокой скорости роста напряжения оксидирования U_d на поверхности анода начинается образование барьерной пленки и появление свечения, сопровождаемого образованием большого числа мелких пузырьков. Амплитуда регистрируемых сигналов АЭ начинается со значений в 5–50 мВ в начале и быстро повышается до 2300 мВ к концу стадии OA .

На рис. 8 представлены графики, связывающие экспериментальные и расчетные значения параметров МДО-покрытия при участии фактора АЭ P_1 как дополнительного фактора в регрессионном расчете. Границей стадии OA для определения параметра P_1 является достижение значений максимальной амплитуды АЭ на первом цикле изменения амплитуды АЭ в период оксидирования.

Используя время достижения стадии P_1 , можно обнаружить, что достоверность линейной аппроксимации между значениями расчетных и экспериментальных значений толщины δ и шероховатости оксидного покрытия R_a значительно выше (рис. 8) в сравнении с результатами регрессионного расчета без дополнительного фактора P_1 (рис. 6).

Представленная на рис. 4 трехмерная зависимость показывает, что шероховатость покрытия резко возрастает при достижении некоторой критической линии 1

Таблица 3. Параметры АЭ
Table 3. AE parameters

Период окисления, с	№ образца								
	D1	D20	D10	D11	D5	D19	D12	D21	D9
AN (P_1)	109±5	808±7	1515±8	135±7	859±6	1575±5	151±7	868±8	1587±5
BN (P_2)	–	400±15	690±20	–	700±18	1394±16	46±10	768±14	1479±14
CN (P_3)	–	–	–	–	70±23	795±20	–	258±18	984±21

Таблица 4. Результаты эксперимента
Table 4. Test results

№ образца	Экспериментальные значения		Расчетные значения					
	δ, мкм	R _{av} , мкм	δ, мкм			R _{av} , мкм		
			P ₁	P ₂	P ₃	P ₁	P ₂	P ₃
D20	5,4±0,8	0,77±0,08	4,3	4,4	–	0,5	0,31	–
D10	10,1±2,4	0,87±0,10	12,6	10,4	–	1,3	1,07	–
D11	4,1±1,0	0,71±0,11	4,7	–	–	0,7	–	–
D5	12,4±2,5	1,33±0,22	17,2	14,5	16,7	2,1	1,70	1,32
D19	28,4±2,7	3,16±0,34	27,6	27,5	32,7	3,3	3,51	3,14
D12	5,5±1,0	0,83±0,11	9,1	7,0	–	1,1	0,60	–
D21	24,6±2,8	1,84±0,25	19,8	20,5	28,9	2,3	2,49	1,83
D9	32,1±2,7	4,97±0,36	31,0	33,9	36,4	3,5	4,35	4,95

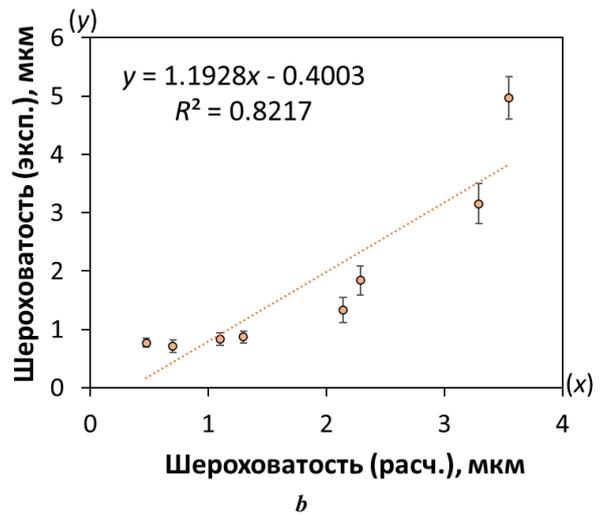
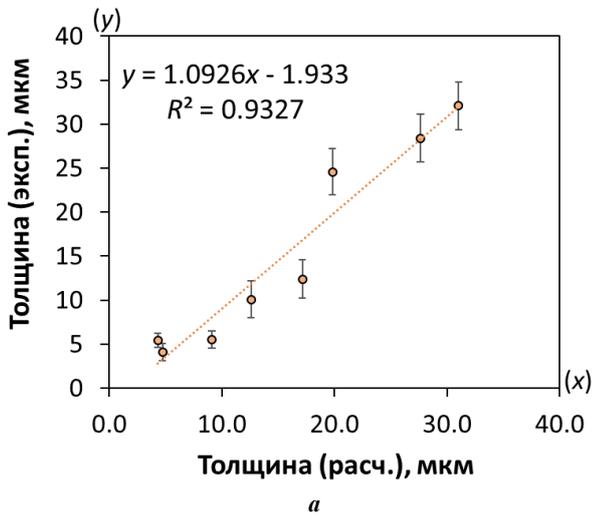


Рис. 8. График, связывающий экспериментальные и расчетные значения толщины δ (а) и шероховатости R_a (б) покрытия при участии фактора P₁
Fig. 8. A graph relating the experimental and calculated values of the thickness δ (a) and roughness R_a (b) of the coating with the participation of the P₁ factor

под действием двух факторов. Однако в течение периода оксидирования, соответствующего первой стадии OA (рис. 7 а), резкого увеличения шероховатости покрытия R_a не наблюдается, так как в течение данного периода происходит формирование барьерного слоя без устойчивого роста оксидного покрытия, а шероховатость определяется наследственным рельефом поверхности образца, подготовленной перед оксидированием. Поэтому результаты линейной регрессии по фактору P_1 , характеризующему шероховатость покрытия, имеют достаточно невысокое значение достоверности линейной аппроксимации $R^2=0,8217$ с экспериментальными значениями (рис. 8 б).

На стадии AB (рис. 7 с) при достижении потенциала пробоя пассивирующей пленки на поверхности анода постепенно появляются искровые разряды. Среднее значение амплитуды АЭ на стадии AB снижается до значения 800 мВ, минимального на первом цикле изменения амплитуды сигналов АЭ.

На рис. 9 представлены графики, связывающие экспериментальные и расчетные значения толщины δ и шероховатости R_a покрытия при использовании в регрессионном анализе фактора АЭ P_2 . В отличие от фактора P_1 , период времени, определяемый по изменению амплитуды регистрируемых сигналов АЭ, сдвигается вправо по оси времени и определяется как период BN от момента завершения стадии AB до конца МДО. Границей стадии AB для определения параметра P_2 является достижение значений минимальной амплитуды АЭ в начале второго цикла изменения амплитуды АЭ.

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 за счет механизма МДО. Поэтому использование параметра P_2 в сравнении с P_1 , определяемого продолжительностью

обработки в течение периода BN , позволяет дополнительно повысить достоверность аппроксимации между значениями расчетных и экспериментальных данных определения толщины и шероховатости покрытия.

На стадии BC (рис. 7) средняя амплитуда сигналов АЭ увеличивается по мере роста напряжения оксидирования до максимального значения в 2500 мВ с большой дисперсией значений. Рост амплитуды сигналов происходит с одновременным увеличением размера и яркости отдельных микродуговых разрядов на поверхности анода.

На рис. 10 представлен график, связывающий экспериментальные и расчетные значения толщины δ и шероховатости R_a покрытия при использовании в регрессионном анализе дополнительного фактора P_3 . Границей стадии BC для определения параметра P_3 является достижение значений максимальной амплитуды АЭ на втором цикле изменения амплитуды АЭ во время МДО. Период CN определен от момента завершения стадии BC до конца МДО.

Из рис. 7 б, 7 с видно, что с увеличением плотности тока i граница C смещается назад по оси времени. В сочетании с анализом, представленном на рис. 4 б, 4 с, можно видеть, что для разных образцов моменты времени, определяемые границей стадии C , практически совпадают в одном и том же диапазоне двух контурных линий изменения значения δ . Это показывает, что существует связь между периодом CN , определяемым по изменению амплитуды АЭ, и толщиной покрытия δ .

Вышеприведенный анализ доказывает, что фактор P_3 имеет более тесную связь с параметрами полученного методом МДО покрытия, чем факторы P_1 и P_2 . Используя время достижения стадии P_3 как дополнительный фактор при решении уравнений линейной регрессии, как показано на рис. 9, между значениями расчетных и экспериментальных данных определения толщины и шероховатости покрытия можно достигнуть достоверности аппроксимации, равной 1.

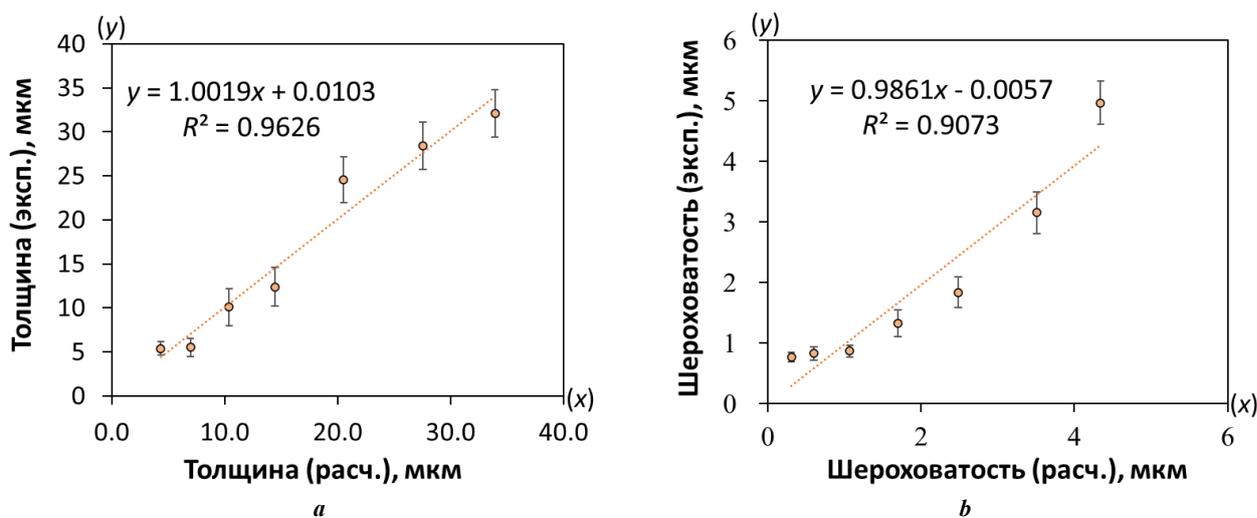


Рис. 9. График, связывающий экспериментальные и расчетные значения толщины δ (а) и шероховатости R_a (б) покрытия при участии фактора P_2

Fig. 9. A graph relating the experimental and calculated values of the thickness δ (a) and roughness R_a (b) of the coating with the participation of the P_2 factor

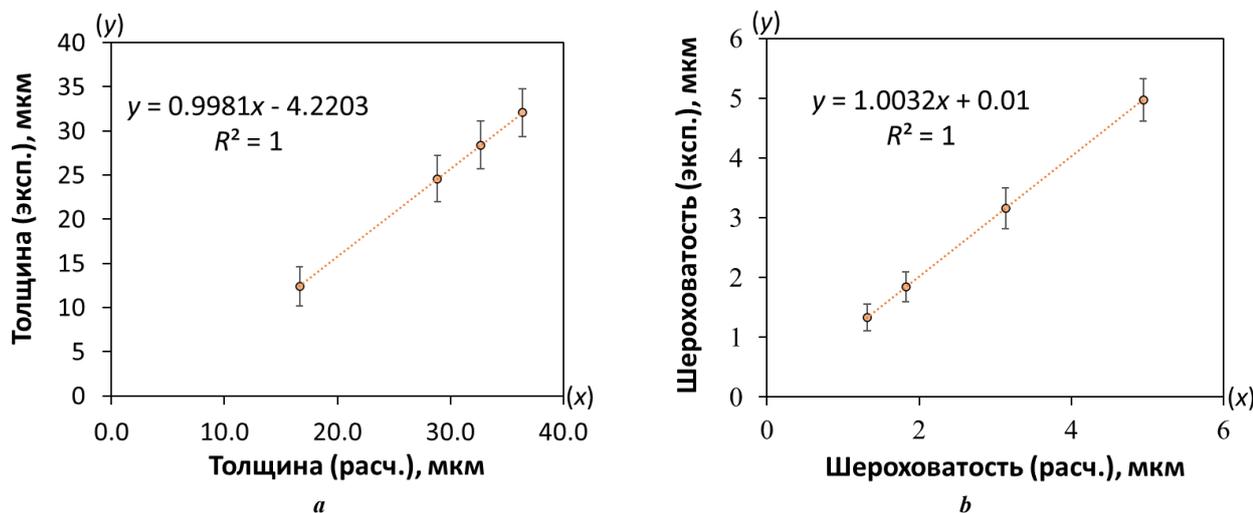


Рис. 10. График, связывающий экспериментальные и расчетные значения толщины δ (a) и шероховатости R_a (b) покрытия при участии фактора P_3

Fig. 10. A graph relating the experimental and calculated values of the thickness δ (a) and roughness R_a (b) of the coating with the participation of the P_3 factor

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Результаты анализа трехмерных зависимостей показали, что изменение толщины и шероховатости покрытия нелинейно в диапазоне периода оксидирования $t=180-1620$ с и плотности тока $i=22-74$ А/дм². Это делает нецелесообразным использование линейно изменяющегося параметра (времени обработки, плотности тока) для установления зависимостей параметров получаемого покрытия от режимов МДО.

Одним из традиционных решений данной проблемы является использование нелинейного изменяющегося сопутствующего параметра – действующего импульсного напряжения U_d . Однако результаты исследования зависимости параметров покрытий от U_d показали недостаточную точность для определения δ и R_a (уровень погрешности 0,89 и 0,74 соответственно). Известным эффективным способом повышения достоверности устанавливаемых зависимостей является использование методики линейной регрессии. По результатам расчета регрессионных уравнений можно видеть, что достоверность аппроксимации между значениями расчетных и экспериментальных данных составила 0,90 для значений толщины покрытия и 0,81 для шероховатости.

Регистрация амплитуды АЭ в режиме мониторинга позволила повысить достоверность и точность определения значений параметров покрытий при использовании регрессионного анализа. Результаты исследования зарегистрированных сигналов АЭ в пределах установленных в работе режимов МДО показали несколько циклов увеличения и последующего снижения амплитуды. Причины изменения амплитуды могут быть объяснены механизмом протекающего процесса образования и роста оксидного покрытия в условиях, заданных режимами оксидирования. Множественное образование пузырьков на стадии OA , пока еще не связанной с процессом образования искр и микродуг на поверхности анода, приводит к когерентному сложению акустического шума от их схлопывания и, как следствие, увели-

чению амплитуды сигналов АЭ [20]. Параметр P_1 , определяемый как период AN , исключает отрицательное влияние начального периода OA , в котором электрические пробои еще не начались, на линейную зависимость, определяемую уравнением регрессии. Это объясняет повышение точности определения толщины оксидного покрытия до 0,93 и шероховатости до 0,82 при использовании в качестве дополнительного фактора параметра P_1 .

Переход в состояние пассивации, вызванный образованием плотного, но пока еще достаточно тонкого барьерного слоя, приводит к увеличению размеров и снижению числа образующихся на поверхности пузырьков из-за образования первых искровых пробоев, число и энергия которых постепенно увеличиваются по мере роста потенциала пробоя и оксидной пленки. В связи с изменением механизма генерации шума, амплитуда регистрируемых сигналов АЭ сначала несколько снижается на стадии AB , но по мере увеличения числа искровых пробоев и роста толщины оксидной пленки на стадии BC опять возрастает. Это подтверждается морфологией поверхности покрытий, полученных на различных стадиях оксидирования. На рис. 3 а, 3 d показана поверхность покрытия, полученная на стадии AB , где видны лишь множественные каналы очень малого диаметра, характеризующие начало искрения. Замена в регрессионном анализе параметра P_1 на параметр P_2 , определяемый продолжительностью периода BN , повышает точность определения толщины покрытия до 0,96 и шероховатости до 0,91.

На рис. 3 б, 3 е продемонстрирована поверхность оксидированного образца при той же плотности тока в конце стадии BC . Можно предположить, что стадия BC является переходной между искровым и микродуговым процессами оксидирования. Повышение амплитуды сигналов АЭ, очевидно, связано с ростом диаметра пор, вызванным увеличением энергии импульсов в результате искрения.

Дальнейшее увеличение толщины покрытия на стадии CN приводит вначале к уменьшению числа каналов пробоя, являющихся на данной стадии очагами микро-

дуговых разрядов, и, как следствие, к некоторому снижению амплитуды регистрируемых сигналов АЭ. Использование параметра P_3 , определяемого длительностью периода CN , повысило точность определения толщины и шероховатости до 1. Результаты исследования демонстрируют важность влияния продолжительности окисления на завершающей стадии на качество получаемого покрытия.

Разделение продолжительности окисления на периоды, характеризующие определенный механизм оксидирования, позволяет повысить достоверность связи между расчетными и экспериментальными значениями параметров покрытия.

Необходимо отметить, что предложенный подход имеет определенные ограничения. К данным ограничениям относится отсутствие параметров P_2 и P_3 для определенного соотношения времени и плотности тока оксидирования, при которых процесс оксидирования еще не выходит за пределы искровых пробоев и не переходит в микродуговой режим. Для данных режимов будут отсутствовать или стадии CN , или стадии BC и CN одновременно.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

В работе предложена методика, позволяющая установить зависимость параметров оксидного покрытия, наносимого на алюминиевый сплав Д16АТ, от различных режимов МДО. Методика основана на решении уравнений линейной регрессии, полученных в результате эксперимента с двумя факторами: временем и плотностью тока оксидирования. Достоверность зависимости между экспериментальными и расчетными значениями толщины и шероховатости оксидного покрытия составила 0,89 и 0,74 соответственно.

Введение дополнительного фактора, определяемого как период времени от момента достижения минимального или максимального значения циклически изменяющейся в процессе оксидирования амплитуды сигналов АЭ до окончания оксидирования, повышает достоверность линейной аппроксимации между значениями параметров покрытий, получаемых экспериментально или расчетным путем. Использование периода времени от момента достижения максимального значения на втором цикле изменения амплитуды сигналов АЭ и до завершения процесса оксидирования позволяет максимально повысить достоверность значений параметров покрытия, получаемых расчетным путем в результате решения уравнений линейной регрессии, относительно значений, получаемых экспериментально.

Дополнение предложенной методики третьим контролируемым фактором позволяет расширить ее возможности и, с целью повышения достоверности получения заданных значений толщины или шероховатости оксидного покрытия, применить ее в режиме онлайн-мониторинга в процессе МДО.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Yerokhin A., Nie X., Leyland A., Matthews A., Dowe S. Plasma electrolysis for surface engineering // *Surface and coatings technology*. 1999. Vol. 122. № 2-3. P. 73–93. DOI: [10.1016/S0257-8972\(99\)00441-7](https://doi.org/10.1016/S0257-8972(99)00441-7).
- Печерская Е.А., Голубков П.Е., Карпанин О.В., Козлов Г.В., Зинченко Т.О., Смогунов В.В. Влияние технологических параметров на свойства покрытий, синтезируемых методом микродугового оксидирования // *Измерение. Мониторинг. Управление. Контроль*. 2020. № 2. С. 89–99. DOI: [10.21685/2307-5538-2020-2-11](https://doi.org/10.21685/2307-5538-2020-2-11).
- Shi M., Li H. The mathematical mode of Ti alloy micro-arc oxidation process parameters and ceramic coating and experimental study // *Journal of Yunnan University: Natural Sciences Edition*. 2015. Vol. 37. № 1. P. 102–110.
- Chen H., Hao J., Feng Z. Micro-arc oxidation mechanism and electrical discharge model // *Journal of Changan University (Natural Science Edition)*. 2008. Vol. 28. P. 116–119.
- Голубков П.Е., Печерская Е.А., Артамонов Д.В., Зинченко Т.О., Герасимова Ю.Е., Розенберг Н.В. Электрофизическая модель процесса микродугового оксидирования // *Известия высших учебных заведений. Физика*. 2019. Т. 62. № 11. С. 166–171. DOI: [10.17223/00213411/62/11/166](https://doi.org/10.17223/00213411/62/11/166).
- Дударева Н.Ю., Ахмедзянов Д.А. Трибологические параметры МДО-слоев, сформированных в силикатно-щелочном электролите на образцах из высококремниевый алюминиевый сплав АК12 // *Вестник Уфимского государственного авиационного технического университета*. 2018. Т. 22. № 3. С. 10–16. EDN: [YAAWLJ](https://www.edn.ru/yaawlj/).
- Pecherskaya E.A., Golubkov P.E., Melnikov O.A., Karpanin O.V., Zinchenko T.O., Artamonov D.V. Intelligent Technology of Oxide Layer Formation by Micro-Arc Oxidation // *IEEE Transactions on Plasma Science*. 2021. Vol. 49. № 9. P. 2613–2617. DOI: [10.1109/TPS.2021.3091830](https://doi.org/10.1109/TPS.2021.3091830).
- Jayaraj R.K., Malarvizhi S., Balasubramanian V. Optimizing the micro-arc oxidation (MAO) parameters to attain coatings with minimum porosity and maximum hardness on the friction stir welded AA6061 aluminium alloy welds // *Defence technology*. 2017. Vol. 13. № 2. P. 111–117. DOI: [10.1016/j.dt.2017.03.003](https://doi.org/10.1016/j.dt.2017.03.003).
- Vakili-Azghandi M., Fattah-alhosseini A., Keshavarz M.K. Optimizing the electrolyte chemistry parameters of PEO coating on 6061 Al alloy by corrosion rate measurement: Response surface methodology // *Measurement*. 2018. Vol. 124. P. 252–259. DOI: [10.1016/j.measurement.2018.04.038](https://doi.org/10.1016/j.measurement.2018.04.038).
- Yang S. On-line test method of micro-arc oxidation load impedance spectroscopy and on-line test system for realizing the method: patent № 102621391 CHN, 2012. 10 p.
- Guo Y. On-line Monitoring System of Micro-arc Oxidation Film Formation Process: patent № 111647924 CHN, 2021. 11 p.
- Голубков П.Е. Анализ применимости методов измерения толщины диэлектрических слоев при управляемом синтезе защитных покрытий методом микродугового оксидирования // *Измерение. Мониторинг. Управление. Контроль*. 2020. № 1. С. 81–92. DOI: [10.21685/2307-5538-2020-1-11](https://doi.org/10.21685/2307-5538-2020-1-11).
- Беспалова Ж.И., Паненко И.Н., Дубовсков В.В., Козаченко П.Н., Кудрявцев Ю.Д. Исследование процесса формирования оптически черных оксидно-

- керамических покрытий на поверхности алюминиевого сплава 1160 // Известия высших учебных заведений. Северо-Кавказский регион. Естественные науки. 2012. № 5. С. 63–66. EDN: [PFATGJ](#).
14. Мукаева В.Р., Горбатков М.В., Фаррахов Р.Г., Парфенов Е.В. Исследование акустических характеристик процесса плазменно-электролитического окисливания алюминия // Электротехнические и информационные комплексы и системы. 2018. Т. 14. № 3. С. 60–65. EDN: [YSAZNZ](#).
 15. Boinet M., Verdier S., Maximovitch S., Dalard F. Application of acoustic emission technique for in situ study of plasma anodizing // NDT&E International. 2004. Vol. 37. № 3. P. 213–219. DOI: [10.1016/j.ndteint.2003.09.011](#).
 16. Chen Z., Zhang L., Liu H. et al. 3D printing technique-improved phase-sensitive OTDR for breakdown discharge detection of gas-insulated switchgear // Sensors. 2020. Vol. 20. № 4. Article number 1045. DOI: [10.3390/s20041045](#).
 17. Bashkov O., Li X., Bao F., Kim V.A., Zhou C. Acoustic emission that occurs during the destruction of coatings applied by microarc oxidation on an aluminum alloy // Materials Today: Proceedings. 2019. Vol. 19-5. P. 2522–2525. DOI: [10.1016/j.matpr.2019.08.174](#).
 18. Jadhav P., Bongale A., Kumar S. The effects of processing parameters on the formation of oxide layers in aluminium alloys using plasma electrolytic oxidation technique // Journal of the Mechanical Behavior of Materials. 2021. Vol. 30. № 1. P. 118–129. DOI: [10.1515/jmbm-2021-0013](#).
 19. Cao J., Fang Z., Chen J., Chen Z., Yin W., Yang Y., Zhang W. Preparation and Properties of Micro-arc Oxide Film with Single Dense Layer on Surface of 5083 Aluminum Alloy // Journal of Chinese Society for Corrosion and Protection. 2020. Vol. 40. № 3. P. 251–258. DOI: [10.11902/1005.4537.2019.069](#).
 20. Bashkov O.V., Bao F., Li X., Bashkova T.I. Investigation of the Influence of Electrical Modes on the Morphology and Properties of Oxide Coatings on Aluminum Alloy 1163, Obtained by the Micro-arc Oxidation // Lecture notes in networks and systems. 2021. Vol. 200. P. 87–95. DOI: [10.1007/978-3-030-69421-0_10](#).
- REFERENCES**
1. Yerokhin A., Nie X., Leyland A., Matthews A., Dowe S. Plasma electrolysis for surface engineering. *Surface and coatings technology*, 1999, vol. 122, no. 2-3, pp. 73–93. DOI: [10.1016/S0257-8972\(99\)00441-7](#).
 2. Pecherskaya E.A., Golubkov P.E., Karpanin O.V., Kozlov G.V., Zinchenko T.O., Smogunov V.V. The influence of technological parameters on the properties of coatings synthesized by microarc oxidation. *Izmerenie. Monitoring. Upravlenie. Kontrol*, 2020, no. 2, pp. 89–99. DOI: [10.21685/2307-5538-2020-2-11](#).
 3. Shi M., Li H. The mathematical mode of Ti alloy micro-arc oxidation process parameters and ceramic coating and experimental study. *Journal of Yunnan University: Natural Sciences Edition*, 2015, vol. 37, no. 1, pp. 102–110.
 4. Chen H., Hao J., Feng Z. Micro-arc oxidation mechanism and electrical discharge model. *Journal of Changan University (Natural Science Edition)*, 2008, vol. 28, pp. 116–119.
 5. Golubkov P.E., Pecherskaya E.A., Artamonov D.V., Zinchenko T.O., Gerasimova Yu.E., Rozenberg N.V. Electrophysical model of micro-arc oxidation process. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedeniy. Fizika*, 2019, vol. 62, no. 11, pp. 166–171. DOI: [10.17223/00213411/62/11/166](#).
 6. Dudareva N.Yu., Akhmedzyanov D.A. Tribological parameters of MAO-layers formed in silicate-alkaline electrolyte on samples of high-silicon aluminum alloy AK12. *Vestnik Ufimskogo gosudarstvennogo aviatsionnogo tekhnicheskogo universiteta*, 2018, vol. 22, no. 3, pp. 10–16. EDN: [YAAWLJ](#).
 7. Pecherskaya E.A., Golubkov P.E., Melnikov O.A., Karpanin O.V., Zinchenko T.O., Artamonov D.V. Intelligent Technology of Oxide Layer Formation by Micro-Arc Oxidation. *IEEE Transactions on Plasma Science*, 2021, vol. 49, no. 9, pp. 2613–2617. DOI: [10.1109/TPS.2021.3091830](#).
 8. Jayaraj R.K., Malarvizhi S., Balasubramanian V. Optimizing the micro-arc oxidation (MAO) parameters to attain coatings with minimum porosity and maximum hardness on the friction stir welded AA6061 aluminium alloy welds. *Defence technology*, 2017, vol. 13, no. 2, pp. 111–117. DOI: [10.1016/j.dt.2017.03.003](#).
 9. Vakili-Azghandi M., Fattah-alhosseini A., Keshavarz M.K. Optimizing the electrolyte chemistry parameters of PEO coating on 6061 Al alloy by corrosion rate measurement: Response surface methodology. *Measurement*, 2018, vol. 124, pp. 252–259. DOI: [10.1016/j.measurement.2018.04.038](#).
 10. Yang S. *On-line test method of micro-arc oxidation load impedance spectroscopy and on-line test system for realizing the method*, patent no. 102621391 CHN, 2012. 10 p.
 11. Guo Y. *On-line Monitoring System of Micro-arc Oxidation Film Formation Process*, patent no. 111647924 CHN, 2021. 11 p.
 12. Golubkov P.E. Analysis of the applicability of thickness measurement methods dielectric layers in controlled synthesis protective coatings by micro-arc method oxygenating. *Izmerenie. Monitoring. Upravlenie. Kontrol*, 2020, no. 1, pp. 81–92. DOI: [10.21685/2307-5538-2020-1-11](#).
 13. Bepalova Zh.I., Panenko I.N., Dubovskov V.V., Kozachenko P.N., Kudryavtsev Yu.D. Investigation of the formation of optical black oxide-ceramic coatings on the surface of aluminum alloy 1160. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedeniy. Severo-Kavkazskiy region. Estestvennye nauki*, 2012, no. 5, pp. 63–66. EDN: [PFATGJ](#).
 14. Muкаева V.R., Gorbatkov M.V., Farrakhov R.G., Parfenov E.V. A study of the acoustic characteristics of plasma electrolytic oxidation of aluminum. *Elektrotekhnicheskie i informatsionnye komplekсы i sistemy*, 2018, vol. 14, no. 3, pp. 60–65. EDN: [YSAZNZ](#).
 15. Boinet M., Verdier S., Maximovitch S., Dalard F. Application of acoustic emission technique for in situ study of plasma anodizing. *NDT&E International*, 2004, vol. 37, no. 3, pp. 213–219. DOI: [10.1016/j.ndteint.2003.09.011](#).
 16. Chen Z., Zhang L., Liu H. et al. 3D printing technique-improved phase-sensitive OTDR for breakdown dis-

- charge detection of gas-insulated switchgear. *Sensors*, 2020, vol. 20, no. 4, article number 1045. DOI: [10.3390/s20041045](https://doi.org/10.3390/s20041045).
17. Bashkov O., Li X., Bao F., Kim V.A., Zhou C. Acoustic emission that occurs during the destruction of coatings applied by microarc oxidation on an aluminum alloy. *Materials Today: Proceedings*, 2019, vol. 19-5, pp. 2522–2525. DOI: [10.1016/j.matpr.2019.08.174](https://doi.org/10.1016/j.matpr.2019.08.174).
18. Jadhav P., Bongale A., Kumar S. The effects of processing parameters on the formation of oxide layers in aluminium alloys using plasma electrolytic oxidation technique. *Journal of the Mechanical Behavior of Materials*, 2021, vol. 30, no. 1, pp. 118–129. DOI: [10.1515/jmbm-2021-0013](https://doi.org/10.1515/jmbm-2021-0013).
19. Cao J., Fang Z., Chen J., Chen Z., Yin W., Yang Y., Zhang W. Preparation and Properties of Micro-arc Oxide Film with Single Dense Layer on Surface of 5083 Aluminum Alloy. *Journal of Chinese Society for Corrosion and Protection*, 2020, vol. 40, no. 3, pp. 251–258. DOI: [10.11902/1005.4537.2019.069](https://doi.org/10.11902/1005.4537.2019.069).
20. Bashkov O.V., Bao F., Li X., Bashkova T.I. Investigation of the Influence of Electrical Modes on the Morphology and Properties of Oxide Coatings on Aluminum Alloy 1163, Obtained by the Micro-arc Oxidation. *Lecture notes in networks and systems*, 2021, vol. 200, pp. 87–95. DOI: [10.1007/978-3-030-69421-0_10](https://doi.org/10.1007/978-3-030-69421-0_10).

The study of the influence of micro-arc oxidation modes on the morphology and parameters of an oxide coating on the D16AT aluminum alloy

© 2023

Fengyuan Bao^{1,3}, junior researcher, research engineer

Oleg V. Bashkov^{*1,4}, Doctor of Sciences (Engineering), Professor,
Head of Chair “Materials Science and Technology of Advanced Materials”

Dan Zhang^{2,5}, Doctor of Sciences (Engineering), Professor,
Head of “Mechanical Engineering” Laboratory

Lan Lyu^{1,2}, graduate student

Tatiana I. Bashkova^{1,6}, PhD (Engineering), Associate Professor

¹*Komsomolsk-na-Amure State University, Komsomolsk-on-Amur (Russia)*

²*Heilongjiang University of Science and Technology, Harbin (China)*

*E-mail: bashkov@knastu.ru

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5762-7953>

⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3910-9797>

⁵ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4150-7038>

⁶ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-7070-5821>

Received 06.12.2022

Accepted 19.01.2023

Abstract: An effective way to protect valve metals and their alloys is the micro-arc oxidation method (MAO), which is currently used in various industries. However, to achieve the desired characteristics and properties of oxide coatings, a large number of experiments are required to determine an optimal oxidation mode, which makes the MAO method labor-intensive and resource-consuming. One of the ways to solve this problem is the search for an informative parameter or several parameters, the use of which during the oxidation process monitoring allows identifying a relationship between the MAO modes and the specified characteristics of oxide coatings. This paper studies the influence of the specified technological MAO modes (current density, oxidation time, amplitude of acoustic emission (AE) signals recorded during MAO) on the morphology and parameters of oxide coatings (thickness δ and surface roughness R_a) deposited on the D16AT aluminum alloy clad with pure aluminum. Multivariate planning of an experiment and the performed regression analysis allowed establishing a relationship between two oxidation factors (current density and oxidation time) and the parameters of the produced coatings. The authors proposed an additional factor, which is determined in the monitoring mode during the oxidation process as the time from the moment when the maximum or minimum of the acoustic emission (AE) amplitude recorded in the MAO process is reached until the end of the oxidation process. The study established that the introduction of an additional factor allows increasing significantly the reliability of the dependence between the coating parameters obtained experimentally and by the computational method based on the regression analysis. The authors note that when performing MAO, with the additional use of the MAO process monitoring by recording the AE amplitude, it is possible to achieve a high reliability between the calculated and actual values of the parameters of oxide coatings.

Keywords: micro-arc oxidation; oxide coating; acoustic emission; multivariate analysis; surface morphology; aluminum alloy; D16AT alloy; valve group alloy.

Acknowledgements: The work was supported by the Presidential grant for government support of leading scientific schools of the Russian Federation (project NSH-452.2022.4).

For citation: Bao F., Bashkov O.V., Zhang D., Lyu L., Bashkova T.I. The study of the influence of micro-arc oxidation modes on the morphology and parameters of an oxide coating on the D16AT aluminum alloy. *Frontier Materials & Technologies*, 2023, no. 1, pp. 7–21. DOI: [10.18323/2782-4039-2023-1-7-21](https://doi.org/10.18323/2782-4039-2023-1-7-21).