

УДК 66.017

В.В. Антипов¹, А.П. Петрова¹, И.А. Козлов¹, М.А. Фомина¹, И.А. Волков¹

**ВЛИЯНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ НАГРЕВОВ
И СПОСОБОВ ПОДГОТОВКИ ПОВЕРХНОСТИ
ПОД СКЛЕИВАНИЕ НА МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА
АЛЮМИНЕВОЙ ФОЛЬГИ ИЗ СПЛАВА АМг2Н**

DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-7-10-24

Несмотря на повышенный интерес конструкторов к полимерным композиционным материалам (ПКМ), алюминиевые сплавы являются основным конструкционным материалом авиационной промышленности. Особое внимание уделяется конструкциям с высокими удельными механическими свойствами, к которым относятся алюминиевые сотовые заполнители. В работе затронут вопрос защиты таких материалов от коррозии и придания их поверхности специальных свойств с использованием различных способов обработки (пиклинг-процесс, осаждение оксида титана, осаждение оксида алюминия, МДО (микродуговое оксидирование), химическое оксидирование). Проведены всесторонние исследования алюминиевой фольги и выбраны наиболее эффективные способы подготовки поверхности под склеивание.

Ключевые слова: алюминиевая фольга, подготовка поверхности, пиклинг-процесс, осаждение оксида титана, осаждение оксида алюминия, МДО-покрытие, химическое оксидирование, грунт ЭП-076.

V.V. Antipov¹, A.P. Petrova¹, I.A. Kozlov¹, M.A. Fomina¹, I.A. Volkov¹

**INFLUENCE OF TECHNOLOGICAL HEATINGS
AND WAYS OF SURFACE PREPARATION
UNDER PASTING ON MECHANICAL PROPERTIES
OF ALUMINUM FOIL FROM ALLOY AMg2N**

Despite keen interest of designers in polymeric composite materials (PCM), aluminum alloys are the base constructional material of the aviation industry. The special attention is given to designs with high specific mechanical properties which treats aluminum cellular fillers. In work will mention question of protection of such materials from corrosion and giving of their surface of special properties with use of different ways of processing (pickling-process, sedimentation titanium oxide, sedimentation of aluminum oxide, MDO (micro-arc oxidation), chemical oxidation). Comprehensive researches of aluminum foil are conducted and the most effective ways of surface preparation are chosen.

Keywords: aluminum foil, surface preparation, pickling-process, sedimentation titanium oxide, sedimentation of aluminum oxide, MDO-oxidation, chemical oxidation, EP-076 soil.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

Введение

Необходимо отметить, что в последние десятилетия в современной технике увеличивается количество используемых металлов с высокой удельной прочностью [1, 2].

К таким металлам следует отнести алюминий-литиевые сплавы, слоистые металлополимерные композиты на их основе, а также сотовые алюминиевые наполнители [3–5]. Сотовый наполнитель обеспечивает необходимую жесткость конструкции при изгибающих нагрузках и устойчивость при сжатии, позволяет значительно повысить усталостную долговечность.

Применение сотовых конструкций дает экономию массы, которая в некоторых деталях достигает 15–20%. Срок службы сотовых конструкций при усталостных нагрузках значительно больше, чем монолитных. Панели с сотовым наполнителем, обладая высокой устойчивостью, позволяют применять несущие обшивки малой толщины (0,3–0,6 мм), что очень важно для снижения массы конструкции.

Эксплуатационная надежность изделий с сотовыми конструкциями в значительной степени зависит от коррозионной стойкости фольги из алюминиевых сплавов, применяемых при их изготовлении, и прочности клеевых соединений [6]. В связи с этим важным этапом при изготовлении сотовых наполнителей является подготовка поверхности фольги, которая должна обеспечивать высокую адгезию клея и антикоррозионную защиту. [7, 8]. Влияние подготовки поверхности под склеивание металлических и неметаллических материалов на адгезионные свойства клеев изучали многие исследователи и этому вопросу посвящено большое количество публикаций в отечественной и зарубежной научно-технической литературе [9–13]. Согласно этим данным существует несколько теорий адгезионного взаимодействия клея с обрабатываемой поверхностью – например, механическая, электрическая, диффузионная теории и т. д. [14–16]. Несмотря на обилие теорий адгезионного взаимодействия клеев с субстратами, единое представление о механизме адгезии отсутствует.

В связи с этим проведены исследования по влиянию структуры поверхности фольги из алюминиевого сплава АМг2Н, получаемой после различных способов подготовки поверхности, на свойства клеевых соединений, так как придание высокой способности смачиваться и специфического рельефа поверхности позволяет добиться высоких прочностных характеристик клеевого соединения. В большинстве случаев клей имеет лучшую адгезию к рельефной, пористой поверхности, чем к гладкой за счет увеличения площади контактируемой поверхности. Немаловажную роль играет смачивание поверхности клеем [17, 18].

В связи с этим исследовано влияние различных способов подготовки поверхности алюминиевой фольги АМг2Н под склеивание на свойства клеевых соединений, выполненных клеем ВК-25, традиционно применяемым в технологии изготовления сотовых наполнителей.

Работа выполнена в рамках реализации комплексных научных проблем 17.1. «Экологически безопасные, плазменные электролитические покрытия для легких сплавов» и 15.1. «Наноструктурированные аморфные материалы и покрытия» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [1].

Материалы и методы

В качестве объектов исследования использовали образцы алюминиевой фольги из сплава АМг2Н толщиной 30; 50 и 70 мкм, изготовленной в соответствии с ГОСТ 618–2014.

Прочность клеевого соединения определяли при расслаивании до и после экспозиции образцов алюминиевой фольги в камере солевого тумана в течение 336 ч, а также после выдержки фольги с клеевым соединением при температурах -60 и +185°С. Испытания проводили с постепенным нарастанием нагрузки до разрушения образца при скорости движения зажима разрывной машины 50 мм/мин (ГОСТ 28966.1–91).

Испытания на растяжение при комнатной температуре для определения механических свойств алюминиевой фольги из сплава АМг2Н проводили в соответствии с ГОСТ 618–2014. Образцы для испытаний вырезали с использованием лезвия и металлической линейки на стекле вдоль направления прокатки в виде полосок шириной $15,0 \pm 0,20$ мм и рабочей длиной 150 мм. На каждую точку изготовили по три образца. Скорость движения зажима разрывной машины при испытаниях составляла не более 50 мм/мин.

Прочность при сдвиге клеевых соединений определяли в соответствии с ГОСТ 14759–69. Образцы для испытаний представляли собой две пластины из сплава Д16-АТ, склеенные между собой внахлест через слой алюминиевой фольги АМг2Н. Размер фольги совпадал с размером склеиваемого участка (3 см^2). На каждый эксперимент изготовлено по пять образцов.

Прочность при расслаивании клеевых соединений определяли в соответствии с ГОСТ 28966.1–91. Образцы для испытания представляли собой две пластины из алюминиевой фольги АМг2Н, склеенные между собой. На каждую точку изготовлено по пять образцов.

Влияние способов и технологических режимов подготовки поверхности алюминиевой фольги под склеивание на ее коррозионную стойкость оценивали на основании сравнительных ускоренных коррозионных испытаний после 336 ч экспозиции в камере солевого тумана (КСТ) Votsch VSC-1000 при постоянной температуре 35°C и распылении 5%-ного раствора NaCl (ГОСТ 9.913–90, ГОСТ 9.908–74).

Влияние технологических способов и режимов подготовки поверхности алюминиевой фольги на ее коррозионную стойкость в реактивном топливе ТС-1 и в масле ИПМ-10 определяли по изменению массы и состояния поверхности после коррозионных испытаний в соответствии с СТБ 1-595-5-328–98. Коррозионные испытания в реактивном топливе ТС-1 проводили в герметичных контейнерах при воздействии следующего температурного режима: 100°C , 80 ч + 120°C , 20 ч (всего 100 ч). Коррозионные испытания в масле ИПМ-10 проводили в герметичных контейнерах при воздействии следующего температурного режима: 150°C , 10 ч + 175°C , 80 ч + 200°C , 10 ч (всего 100 ч).

Микро- и макроструктурный анализ алюминиевой фольги с различными вариантами подготовки поверхности под склеивание, в том числе после выдержки при температурах -60°C и $+185^\circ\text{C}$, исследовали методом конфокальной лазерной сканирующей микроскопии (CLSM) с применением оптического профилометра S NEOX Sensofar-Tech при комнатной температуре.

Реологические свойства клеевых композиций определяли на реометре Physica MCR 302 фирмы Anton Paar с системой регулирования температуры на элементе Пельтье с использованием измерительной системы PP50/TG.

Условную вязкость определяли с помощью вискозиметра ВЗ-246.

Определение краевого угла смачивания проводили на микроскопе МБС-9 на образцах алюминиевой фольги из сплава АМг2Н, проецируя на экран изображение капли при 6-кратном увеличении. Нанесение капель одинакового размера осуществляли с помощью ручной системы дозирования. В ходе экспериментов проведено не менее пяти замеров краевого угла смачивания на различных участках исследуемой поверхности каждого образца. После получения четкого изображения на экране измеряли высоту капли и ее диаметр у основания.

Результаты и обсуждение

Применение сотовых заполнителей обеспечивает необходимую жесткость конструкции авиационной техники при изгибающих нагрузках и устойчивость при сжатии,

а также позволяет значительно повысить усталостную долговечность конструкции. Алюминиевая фольга, используемая для производства сотовых заполнителей, должна обладать хорошими механическими свойствами, от которых впоследствии будут зависеть механические характеристики конструкции.

В связи с этим необходимо знать влияние способов подготовки поверхности на механические характеристики алюминиевой фольги. Испытания проводили в соответствии с ГОСТ 618–2014. При этом образцы подвергали технологическому нагреву, имитирующему режимы отверждения органического покрытия и последующего отверждения клея.

Для обработки поверхности фольги под склеивание исследованы следующие способы: пиклинг-процесс, осаждение на ее поверхность оксида титана, оксида алюминия, МДО-покрытия, химическое оксидирование, а также дополнительное нанесение покрытия ЭП-076.

Учитывая тот факт, что адгезионные свойства клеев зависят от значения краевого угла смачивания, проведены исследования по определению краевого угла смачивания для фольги с различной подготовкой поверхности [19].

По результатам исследований установлено, что на образцах без обработки поверхности краевого угла смачивания равен 91,5 градусов. Все способы обработки поверхности алюминиевой фольги позволяют снизить краевого угла смачивания: пиклинг-обработка снижает – до 70,5 градуса, химическое обезжиривание – до 23,5 градуса, нанесение диоксида титана ионно-плазменным методом – до 19,5 градуса, нанесение оксида алюминия ионно-плазменным методом – до 16,5 градуса, химическое оксидирование – до 8,5 градуса, плазменное электролитическое оксидирование – до 2 градусов. Исходя из полученных результатов, можно сделать вывод, что наиболее эффективными способами обработки поверхности фольги можно считать плазменное электролитическое оксидирование, химическое оксидирование и нанесение Al_2O_3 ионно-плазменным способом.

После нанесения клея ВК-25 на фольгу проводят техпроцесс склеивания при температуре от 130 (длительно) до 160°C (более короткий цикл отверждения). В связи с этим проведены исследования по влиянию термического воздействия на морфологию поверхности фольги с целью установления ее возможного изменения в процессе технологических нагревов и термических воздействий при эксплуатации. С применением лазерной сканирующей микроскопии и оптической микроскопии изучали образцы до и после термического воздействия в течение 24 ч при температурах -60 и +185°C.

Исследования, проведенные с использованием метода оптической микроскопии, показали, что поверхность фольги без обработки однородна. Видны только следы проката. Отличий между снимками поверхности образцов, полученными после выдержки при пониженной и повышенной температурах, не обнаружено.

Исследования поверхности образцов фольги методом сканирующей микроскопии также не позволили установить различия между образцами до и после экспозиции при пониженной и повышенной температурах.

Исследования образцов с химическим оксидированием поверхности показали, что поверхность хорошо развита и заметно отличается от поверхности образца без покрытия. В отличие от образца без термического воздействия (рис. 1, а) после экспозиции при отрицательной температуре наблюдается частичное сглаживание поверхности с уменьшением перепада высот рельефа до 0,3 мкм (рис. 1, б). При длительном нагревании происходит еще большее сглаживание рельефа поверхности с одновременным образованием отдельных впадин глубиной до 0,4 мкм (рис. 1, в).

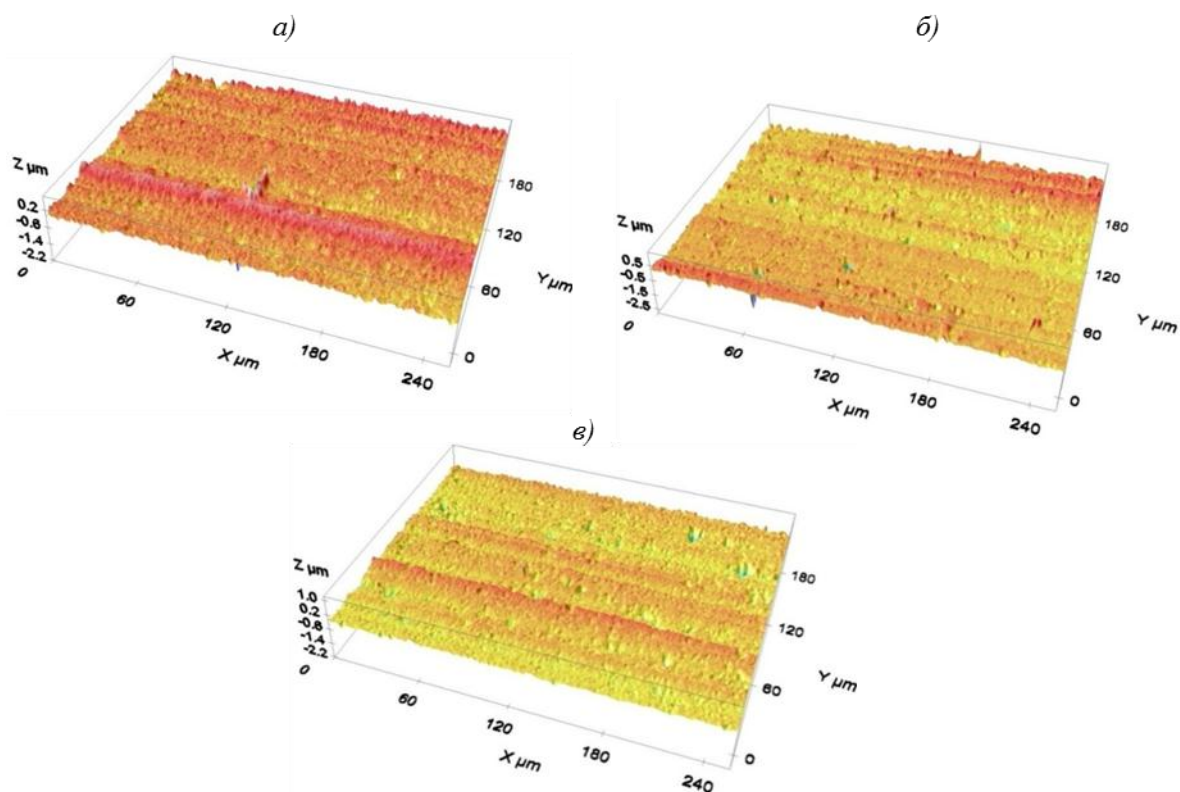


Рис. 1. Образец фольги из сплава АМг2Н с химическим оксидированием поверхности без термического воздействия (а) и после выдержки в течение 24 ч при -60 (б) и +185°С (в)

Исследования, проведенные с помощью сканирующей микроскопии, дополнили представления о морфологии поверхности фольги. Поверхность образца структурирована. Отчетливо видно наличие оксидного покрытия и границ между оксидными фазами (рис. 2, а). После экспозиции при отрицательной температуре наблюдается закрытие трещин оксидного слоя, разделяющих оксидные образования (рис. 2, б). Противоположный эффект достигается при длительном нагревании, которое приводит к образованию большого числа трещин в оксидном слое и деградации межфазных границ (рис. 2, в).

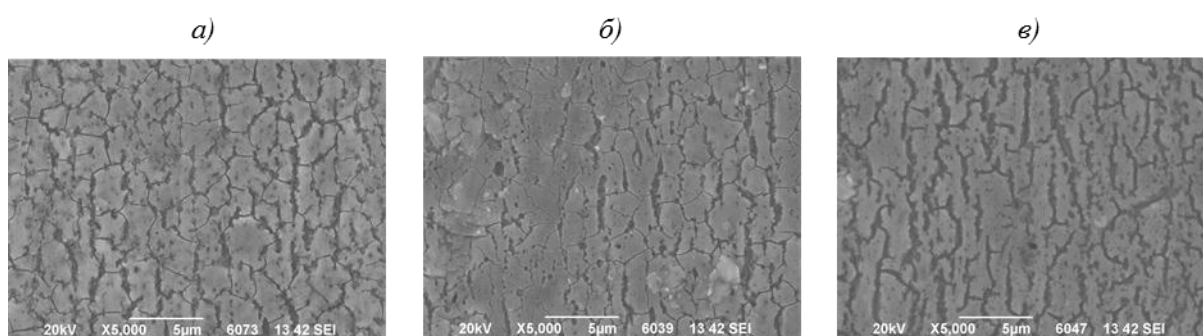


Рис. 2. Поверхность образцов фольги из сплава АМг2Н с химическим оксидным покрытием без термического воздействия (а) и после выдержки в течение 24 ч при -60 (б) и +185°С (в)

При исследовании поверхности образцов после обработки методом микродугового оксидирования с применением метода оптической микроскопии установлено, что после проведения испытаний при отрицательной температуре на поверхности образца

образуется большое количество неровностей и впадин с перепадом высот до 2,0 мкм (рис. 3, б). После длительного нагрева сильно увеличивается шероховатость и высота неровностей (рис. 3, в) по сравнению с контрольным образцом (рис. 3, а).

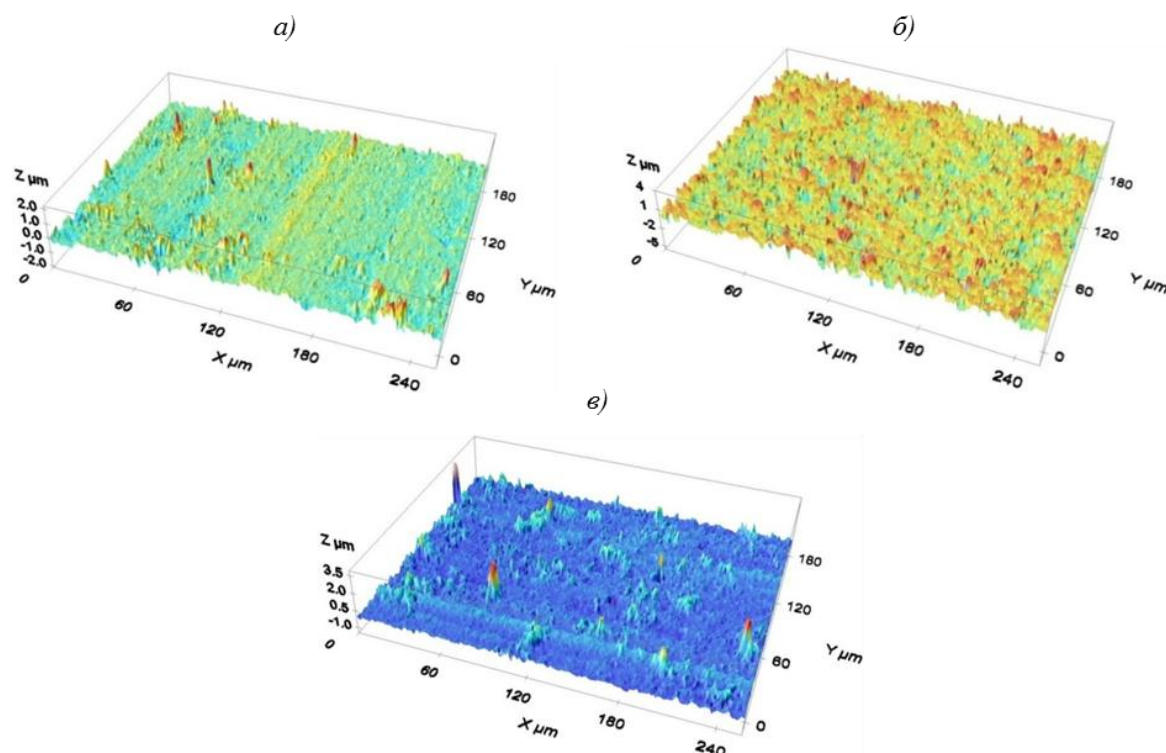


Рис. 3. Образец фольги из сплава АМг2Н с подготовкой поверхности микродуговым оксидированием без термического воздействия (а) и после выдержки в течение 24 ч при -60 (б) и +185°C (в)

На основании результатов исследований методом сканирующей микроскопии образцов с микродуговым оксидированием установлено, что поверхность покрытия имеет развитое строение с большим количеством оплавленных участков в виде микрократеров и каплевидных следов оплавления оксидной структуры (рис. 4, а). В порах покрытия заметны следы локализации микрозарядов в виде оплавленных кратеров. Выдержка при пониженной температуре не вызывает изменения структуры и морфологии поверхности фольги (рис. 4, б), отличия от структуры поверхности исходного образца минимальны (рис. 4, а). Длительный нагрев образца приводит к раскрытию микротрещин оксидного слоя (рис. 4, в).

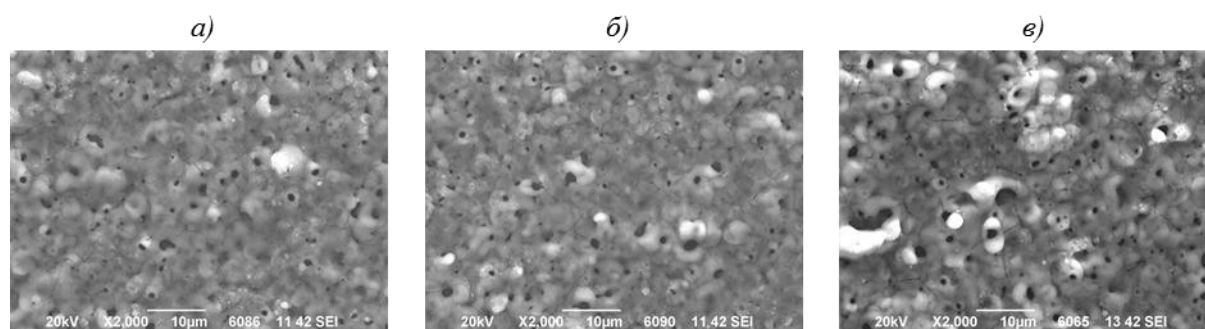


Рис. 4. Поверхность образцов фольги из сплава АМг2Н с микродуговым оксидированием без термического воздействия (а) и после выдержки в течение 24 ч при -60 (б) и +185°C (в)

Таким образом, установлено, что в ряде случаев термическое воздействие на фольгу при температурах -60 и $+185^{\circ}\text{C}$ приводит к изменению морфологии и структуры ее поверхности. Исключениями являются поверхности образцов фольги без покрытия и с пиклинг-обработкой. Применение микродугового оксидирования и химического оксидирования приводит к значительному увеличению удельной площади поверхности, контактирующей с клеем, что должно положительно сказаться на адгезионной прочности клеевого соединения. При использовании пиклинг-обработки поверхности и ионно-плазменного осаждения Al_2O_3 удельная площадь поверхности алюминиевой фольги изменяется не более чем на 10%.

При исследовании методом оптической микроскопии поверхности образцов фольги с пиклинг-обработкой после воздействия отрицательных температур (рис. 5, б) не выявлено различий по сравнению с исходным образцом (рис. 5, а). Влияние длительного нагрева приводит к незначительному изменению поверхности с небольшим увеличением количества остроконечных пиков (рис. 5, в).

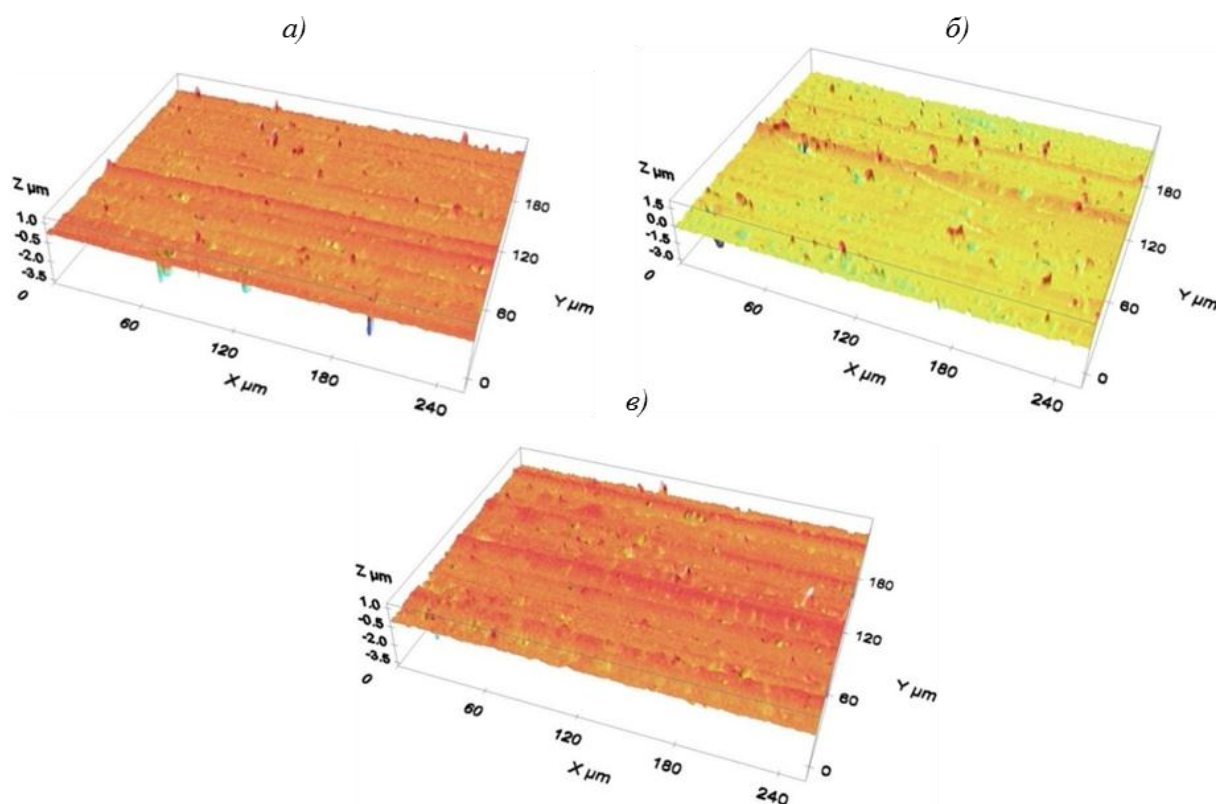


Рис. 5. Образец фольги из сплава АМг2Н с пиклинг-обработкой поверхности без термического воздействия (а) и после выдержки в течение 24 ч при -60 (б) и $+185^{\circ}\text{C}$ (в)

Результаты сканирующей микроскопии поверхности образцов фольги с пиклинг-обработкой и без обработки показали, что поверхность исходного образца имеет микрорельеф в виде углублений сферической формы с четко выраженными границами (рис. 6, а). Пиклинг-обработка практически не оказывает влияния на морфологию поверхности непосредственно после обработки, однако после отрицательных температур и термического воздействия наблюдается ее ухудшение (рис. 6, б, в).

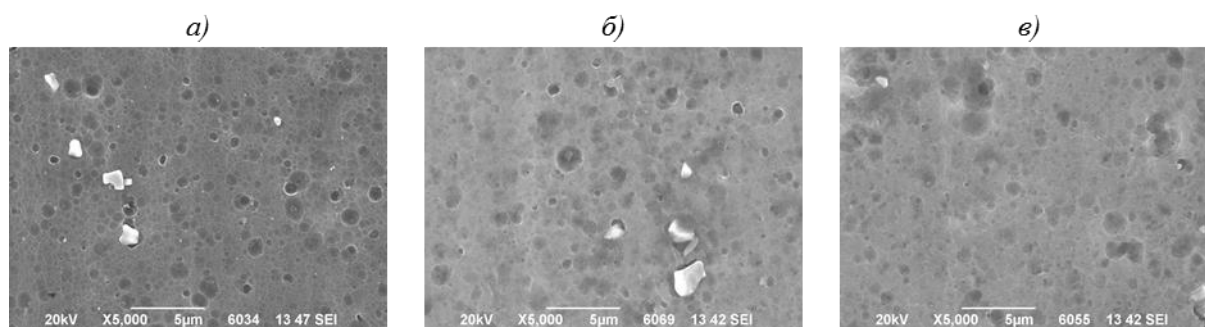


Рис. 6. Поверхность образцов фольги из сплава АМg2Н с пиклинг-обработкой поверхности без термического воздействия (а) и после выдержки в течение 24 ч при -60 (б) и $+185^{\circ}\text{C}$ (в)

При исследовании методом оптической микроскопии поверхности образцов с ионно-плазменным покрытием Al_2O_3 установлено, что выдержка образцов при отрицательной температуре приводит к незначительному сглаживанию основной поверхности по сравнению с исходным образцом (рис. 7, а), с одновременным образованием единичных впадин глубиной до $0,4$ мкм (рис. 7, б). Длительный нагрев приводит к увеличению шероховатости поверхности с образованием на ней углублений и впадин (рис. 7, в).

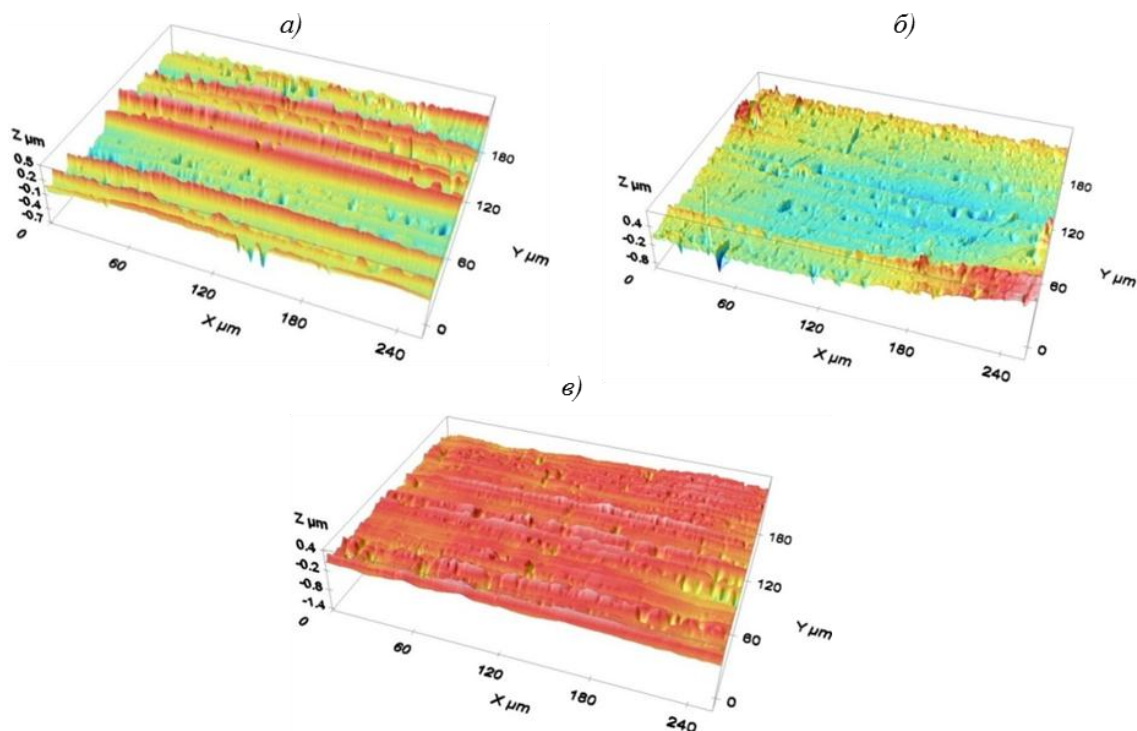


Рис. 7. Образец фольги из сплава АМg2Н с ионно-плазменным осаждением Al_2O_3 без термического воздействия (а) и после выдержки в течение 24 ч при -60 (б) и $+185^{\circ}\text{C}$ (в)

Исследования, проведенные с применением метода сканирующей микроскопии, дополнили представления о поверхности образцов фольги с ионно-плазменным покрытием Al_2O_3 . Выявлено, что поверхность образцов однородна. Видны следы проката. Установлено наличие оксидных образований размером <100 нм (рис. 8, а). Отличий между образцами до и после экспозиции при пониженной температуре (рис. 8, б) не обнаружено. Выдержка при повышенной температуре привела к деградации поверхности и исчезновению субмикронных оксидных образований.

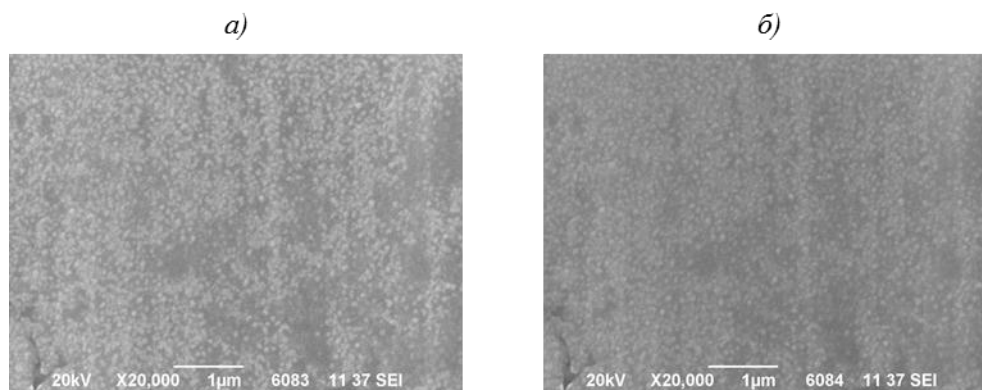


Рис. 8. Поверхность образцов фольги из сплава АМг2Н с ионно-плазменным осаждением Al_2O_3 без термического воздействия (а) и после выдержки в течение 24 ч при -60°C (б)

При исследовании методом оптической микроскопии поверхности образцов с ионно-плазменным покрытием TiO_2 установлено, что по сравнению с исходным образцом (рис. 9, а), после испытаний при отрицательной температуре происходит сильное изменение поверхности покрытия с образованием крупных впадин и неровностей – размером до 2,0 мкм (рис. 9, б). Длительный нагрев также приводит к изменению поверхности с образованием множества мелких неровностей и впадин – размером до 0,5 мкм (рис. 9, в).

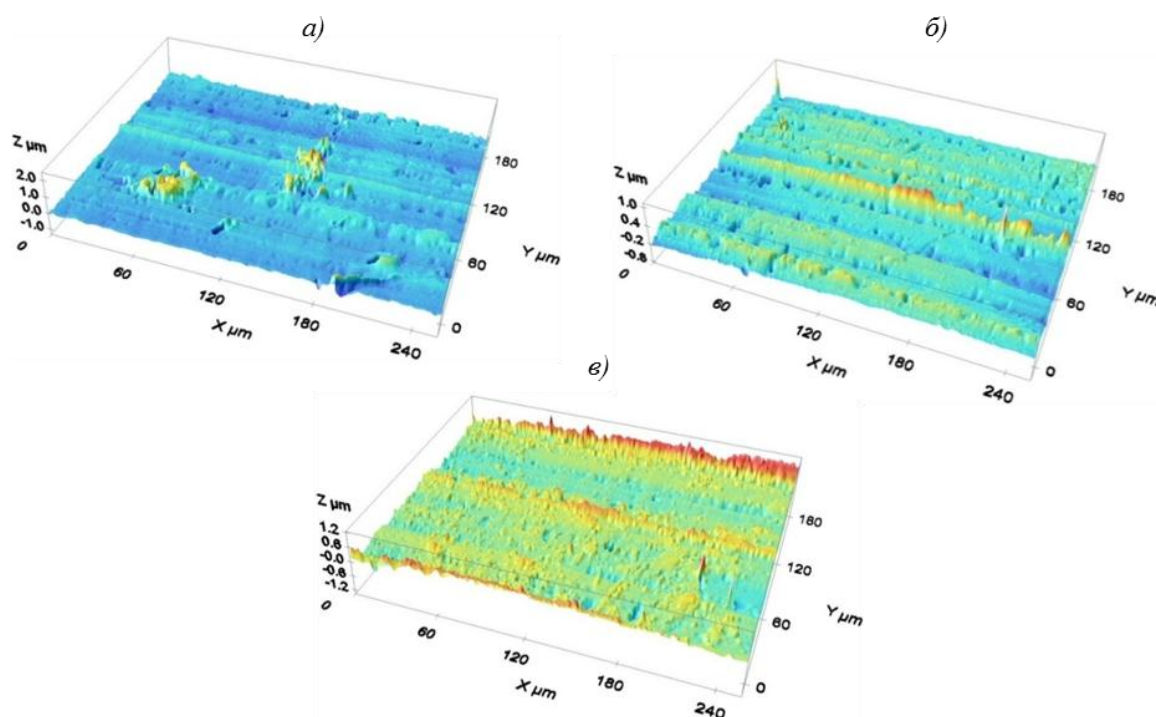


Рис. 9. Образец фольги из сплава АМг2Н с ионно-плазменным осаждением TiO_2 без термического воздействия (а) и после выдержки в течение 24 ч при -60 (б) и $+185^\circ\text{C}$ (в)

Исследования поверхности образцов фольги методом сканирующей микроскопии не позволили установить различия между образцами до и после экспозиции при пониженной и повышенной температурах. Во всех случаях поверхность образцов однородна. Видны следы проката.

Результаты оптической микроскопии образцов фольги с ионно-плазменным покрытием $Ti+TiO_2$ показали, что выдержка при отрицательной температуре приводит к образованию и увеличению размеров имеющихся впадин вплоть до 1–1,5 мкм (рис. 10, б) по сравнению с исходным образцом (рис. 10, а). Длительный нагрев приводит к изменению структуры поверхности с увеличением размера впадин и неровностей до 2,0 мкм (рис. 10, в).

Методом сканирующей микроскопии выявлено, что поверхность образцов с ионно-плазменным покрытием $Ti+TiO_2$ однородна. Видны следы проката. Отличий между образцами до и после экспозиции при пониженной и повышенной температурах не обнаружено.

В результате проведенного исследования установлено, что в большинстве случаев длительный нагрев образцов приводит к изменениям структуры поверхности фольги из сплава АМг2Н с различными видами подготовки поверхности.

Выдержка при пониженной температуре не оказывает существенного влияния на изменение структуры и морфологии поверхности фольги из сплава АМг2Н с различными видами подготовки поверхности. Исключением являются образцы с химическим оксидированием.

Применение микродугового оксидирования и химического оксидирования приводит к значительному увеличению площади поверхности, контактирующей с клеем, что может увеличивать адгезионную прочность клеевого соединения. При использовании пиклинг-обработки, ионно-плазменного осаждения Al_2O_3 , $Ti+TiO_2$ и TiO_2 наблюдается незначительное изменение контактирующей площади.

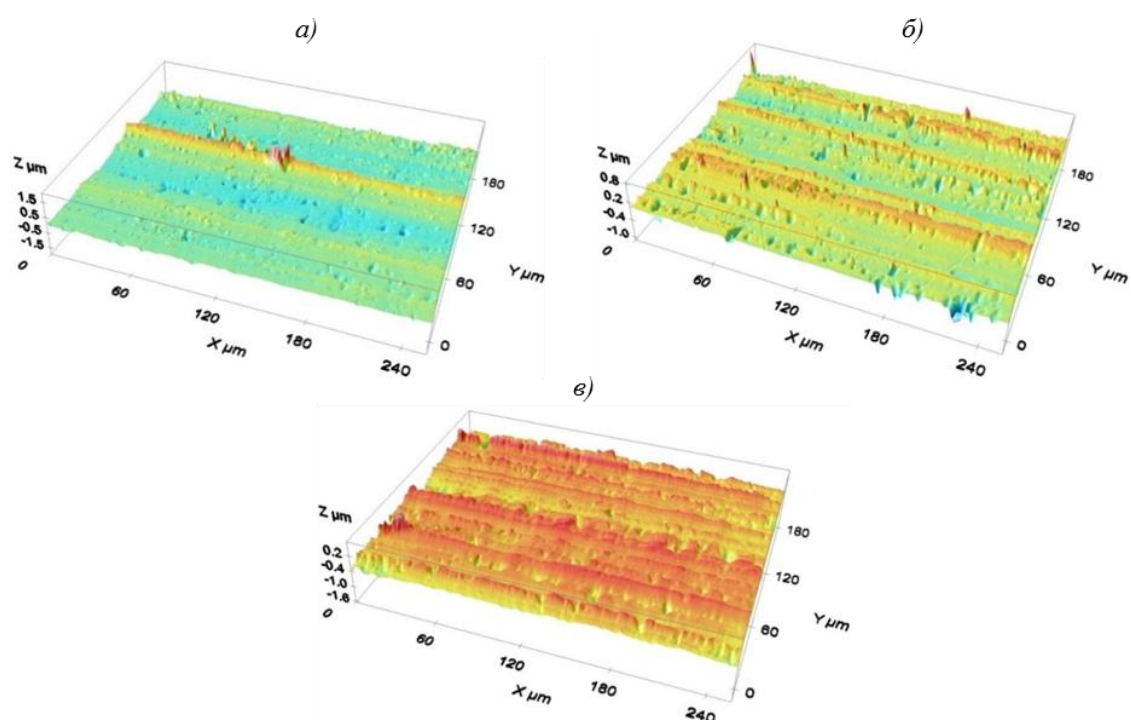


Рис. 10. Образец фольги из сплава АМг2Н с ионно-плазменным осаждением $Ti+TiO_2$ без термического воздействия (а) и после выдержки в течение 24 ч при -60 (б) и $+185^{\circ}C$ (в)

Одним из определяющих параметров длительного срока службы сотового заполнителя является коррозионная стойкость алюминиевой фольги. Покрытия, применяемые для придания фольге высоких адгезионных свойств, должны также обеспечивать

высокую коррозионную стойкость сотового заполнителя. С целью определения защитных свойств рассматриваемых в работе способов подготовки поверхности проведены ускоренные коррозионные испытания в камере солевого тумана при постоянном распылении 5%-ного водного раствора хлористого натрия и температуре 35°C, а также коррозионные испытания в среде авиационного топлива и масла.

Проведены испытания образцов алюминиевой фольги с обработкой поверхности следующими способами:

- химическое оксидирование (хроматирование);
- микродуговое оксидирование в силикатном электролите в течение 3 мин;
- пиклинг-процесс – химическая подготовка поверхности в растворе фосфорной кислоты и бихромата калия;
- ионно-плазменное осаждение оксидов металла (Al_2O_3 – наносится путем осаждения ионов алюминия в кислороде; TiO_2 – наносится путем осаждения ионов титана в кислороде; $Ti+TiO_2$ – наносится путем осаждения ионов титана в вакууме и последующего осаждения ионов титана в кислороде).

Исследовали влияние температурного воздействия, имитирующего возможные технологические нагревы и нагревы в процессе эксплуатации и хранения: 24 ч при температурах -60 и +185°C.

Проведена оценка состояния поверхности образцов алюминиевой фольги с различными вариантами обработки поверхности после 48; 168 и 336 ч экспозиции в камере солевого тумана. Результаты испытаний приведены в табл. 1. Данные по влиянию низкой температуры на коррозионную стойкость алюминиевой фольги приведены в табл. 2, по влиянию высокой температуры – в табл. 3.

Таблица 1

Результаты коррозионных испытаний образцов фольги при выдержке в камере солевого тумана

Вид покрытия/ подготовка поверхности	Внешний вид образцов после испытания в течение, ч		
	48	168	336
Al_2O_3	Потемнение 20% поверхности	Коррозионные поражения на 60% поверхности, потеки. Образцы сняты с испытаний	Образцы сняты с испытаний
TiO_2	Единичные коррозионные поражения поверхности диаметром до 1,0 мм	Потеки, массовые язвы диаметром до 1,0 мм. Образцы сняты с испытаний	То же
$Ti+TiO_2$	То же	Коррозионные поражения, солевые отложения на 90% поверхности. Образцы сняты с испытаний	--
Химическое обезжиривание	Потемнение 35% поверхности	Потемнение поверхности 90%, коррозионные поражения 50%, потеки. Образцы сняты с испытаний	--
Химическое оксидирование	Без изменений	Слабое осветление покрытия	Без изменений
Микродуговое оксидирование	Потемнение 30% поверхности	Потемнение 90% поверхности, потеки, массовые язвы диаметром до 1,0 мм. Образцы сняты с испытаний	Образцы сняты с испытаний
Пиклинг-процесс	То же	Коррозионные поражения на 70% поверхности, потеки, две язвы диаметром до 1,5 мм. Образцы сняты с испытаний	То же

Таблица 2

Результаты коррозионных испытаний в камере солевого тумана образцов фольги, предварительно выдержанных при температуре -60°C

Вид покрытия/ подготовка поверхности	Внешний вид образцов после испытания в течение, ч		
	48	168	336
Al ₂ O ₃	Потемнение 20% поверхности	Коррозионные поражения на 40% поверхности, потеки	Образцы сняты с испытаний
TiO ₂	Единичные коррозионные поражения поверхности диаметром до 1,0 мм	Потеки, массовые язвы диаметром до 0,5 мм. Образцы сняты с испытаний	То же
Ti+TiO ₂	То же	Коррозионные поражения 90% поверхности диаметром до 1,0 мм. Образцы сняты с испытаний	-«-
Химическое обезжиривание	Потемнение 30% поверхности	Потемнение 60% поверхности, коррозионные поражения 30%, потеки. Образцы сняты с испытаний	-«-
Химическое оксидирование	Без изменений	Слабое осветление поверхности	Без изменений
Микродуговое оксидирование	Потемнение 30% поверхности	Потемнение 90% поверхности, потеки, массовые язвы диаметром до 1,0 мм. Образцы сняты с испытаний	Образцы сняты с испытаний
Пиклинг-подготовка	То же	Коррозионные поражения на 90% поверхности, потеки, язвы диаметром до 1 мм. Образцы сняты с испытаний	То же

Таблица 3

Результаты коррозионных испытаний в камере солевого тумана образцов фольги из алюминиевого сплава, предварительно выдержанных при температуре +185°C

Вид покрытия/ подготовка поверхности	Внешний вид образцов после испытания в течение, ч		
	48	168	336
Al ₂ O ₃	Потемнение 20% поверхности	Коррозионные поражения на 70% поверхности, потеки	Образцы сняты с испытаний
TiO ₂	Единичные коррозионные поражения поверхности диаметром до 1,0 мм	Потеки, массовые язвы диаметром до 0,5 мм. Образцы сняты с испытаний	То же
Ti+TiO ₂	То же	Коррозионные поражения поверхности диаметром до 1,0 мм, солевые отложения на 90% поверхности. Образцы сняты с испытаний	-«-
Химическое обезжиривание	Потемнение 30% поверхности	Потемнение поверхности 90%, коррозионные поражения 60%, потеки. Образцы сняты с испытаний	-«-
Химическое оксидирование	Единичные коррозионные поражения поверхности диаметром до 1,0 мм	Коррозионные поражения 20% поверхности	-«-
Микродуговое оксидирование	Потемнение 30% поверхности	Потемнение 90% поверхности, потеки, массовые язвы диаметром до 1,0 мм. Образцы сняты с испытаний	-«-
Пиклинг-подготовка	То же	Коррозионные поражения на 80% поверхности, потеки, язвы диаметром до 1 мм. Образцы сняты с испытаний	-«-

Результаты коррозионных исследований показали, что после 168 ч экспозиции в камере солевого тумана на поверхности образцов алюминиевой фольги без обработки и с пиклинг-обработкой, с микродуговым оксидированием и осаждением Al_2O_3 наблюдается образование локальных коррозионных поражений, в ряде случаев сопровождающихся потемнением поверхности. При использовании покрытий TiO_2 и $Ti+TiO_2$ также наблюдается снижение коррозионной стойкости алюминиевой фольги. Высокой коррозионной стойкостью обладает фольга с покрытием, сформированным при химическом оксидировании – после 336 ч экспозиции коррозионные поражения отсутствуют.

Установлено, что отрицательные температуры не оказывают влияния на коррозионную стойкость алюминиевой фольги независимо от способа обработки ее поверхности.

Испытания в КСТ показали, что длительный нагрев при повышенной температуре негативно сказывается на коррозионной стойкости алюминиевой фольги независимо от использованного варианта обработки ее поверхности

На основании полученных данных установлено, что все рассмотренные способы подготовки поверхности фольги перед склеиванием не могут обеспечить необходимую коррозионную стойкость.

Для достижения заданных показателей по защитным свойствам исследовано нанесение дополнительного органического покрытия, которое возможно осуществить в условиях АО «ОНПП «Технология». Основой такого покрытия является широко распространенная грунтовка марки ЭП-076. Проведены работы по выбору оптимальной концентрации органического покрытия, обеспечивающего высокие защитные свойства при минимальной толщине. Поскольку грунтовка в своем составе содержит большое количество пигмента и других низкодисперсных функциональных наполнителей, которые ухудшают прочность клеевого соединения, проведена многократная фильтрация раствора грунтовки. В связи с тем, что покрытие предполагалось наносить способом окунания, для получения нужной вязкости необходимо было выбрать оптимальное соотношение грунтовки и растворителя, вводимого в состав грунтовки для снижения ее вязкости. С этой целью проведены исследования на образцах фольги из сплава АМг2Н со сформированным на их поверхности органическим покрытием путем нанесения грунтовки ЭП-076 с различной концентрацией растворителя (табл. 4). Наличие и толщина органического покрытия (изоляционного слоя) на поверхности образцов фольги устанавливали путем замера сопротивления электрического тока, так как формируемое покрытие имеет толщину <1 мкм, что не позволяет определить его наличие с применением толщиномера, в основе работы которого используется токовихревой принцип. Измерения проводили при постоянном напряжении 12 В путем непосредственного соприкосновения электродов с поверхностью образца.

Таблица 4

Наличие сопротивления поверхности образцов из алюминиевой фольги АМг2Н с покрытием

Количество грунтовки ЭП-076, г	Количество растворителя, г	Наличие сопротивления на поверхности образца (наличие покрытия)
50	162	На 100% поверхности
50	204	На 100% поверхности
50	246	На 100% поверхности
50	288	На 100% поверхности
50	330	На 50% поверхности
50	372	Отсутствует на поверхности

По результатам исследований установлено, что для формирования на поверхности фольги из сплава АМг2Н сплошного тонкого органического покрытия необходимо применять следующее соотношение компонентов: на 50 г грунтовки ЭП-076 добавить 288 г растворителя Р-5.

Для оценки эффективности использования органического покрытия проведены ускоренные испытания в КСТ образцов алюминиевой фольги размером 50×50 мм с различной подготовкой поверхности: химическое оксидирование, микродуговое оксидирование, пиклинг-обработка и ионно-плазменное осаждение покрытий Al_2O_3 , TiO_2 , $Ti+TiO_2$. Проведены также дополнительные исследования по влиянию термического воздействия на коррозионную стойкость образцов, для этого перед установкой в КСТ часть образцов выдержали при температурах -60 и $+185^\circ C$ в течение 24 ч.

Оценку состояния поверхности осуществляли через 48; 168 и 336 ч экспозиции в КСТ. Результаты коррозионных испытаний показали, что использование органического покрытия улучшает коррозионную стойкость алюминиевой фольги, обеспечивая стабильные показатели как после нагрева, так и после охлаждения, со всеми исследованными видами покрытий и обработки поверхности, кроме покрытий TiO_2 и $Ti+TiO_2$.

Заключения

Рассмотрены различные способы подготовки поверхности алюминиевой фольги из сплава АМг2Н (пиклинг-процесс, осаждение оксида титана, осаждение оксида алюминия, МДО (микродуговое оксидирование), химическое оксидирование) и их влияние на ее свойства и коррозионную стойкость. Показаны результаты исследования краевого угла смачивания. Выбраны наиболее эффективные способы подготовки поверхности.

Установлено, что образцы алюминиевой фольги с изученными покрытиями и химической обработкой обладают низкой коррозионной стойкостью: коррозионные поражения возникают после 168 ч экспозиции в КСТ. Наиболее значительные коррозионные поражения наблюдаются на образцах фольги, предварительно термообработанной при $185^\circ C$ в течение 24 ч. Применение дополнительного покрытия ЭП-076 толщиной до 3 мкм позволяет существенно повысить коррозионную стойкость алюминиевой фольги с изученными покрытиями и химической обработкой: после 336 ч экспозиции в камере солевого тумана отсутствуют коррозионные поражения.

Показано, что все исследованные методы и технологические режимы подготовки поверхности алюминиевой фольги под склеивание обеспечивают удовлетворительную коррозионную стойкость фольги в топливе и в масле, в том числе после ее выдержки при температурах -60 и $+185^\circ C$ (потеря массы составляет $0,1 \text{ г/м}^2$).

Исследование коррозионной агрессивности клея ВК-25 по отношению к алюминиевой фольге АМг2Н с изученными покрытиями и химической обработкой под склеивание показали, что выбранные для исследований клеи неагрессивны к фольге из сплава АМг2Н.

ЛИТЕРАТУРА

1. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки за период до 2030 года» // Авиационные материалы и технологии. 2015. №1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
2. Каблов Е.Н. Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года // Авиационные материалы и технологии. 2012. №5. С. 7–17.
3. Каблов Е.Н. Материалы нового поколения // Защита и безопасность. 2014. №4. С. 28–29.

4. Колобова З.Н., Павловская Т.Г., Аниховская Л.И., Каримова С.А. Разработка способов подготовки поверхности при ремонте клееных конструкций из алюминиевых сплавов // *Авиационные материалы и технологии*. М.: ВИАМ, 2002. Вып.: Ремонтные технологии в авиастроении. С. 73–76.
5. Антипов В.В. Стратегия развития титановых, магниевых, бериллиевых и алюминиевых сплавов // *Авиационные материалы и технологии*. 2012. №5. С. 157–167.
6. Каблов Е.Н. Коррозия или жизнь // *Наука и жизнь*. 2012. №11. С. 16–21.
7. Аниховская Л.И., Павловская Т.Г., Дементьева П.А., Петрова А.П. Подготовка поверхности под склеивание // *Клеи. Герметики. Технологии*. 2008. №7. С. 32–35.
8. Павловская Т.Г., Волков И.А., Козлов И.А., Наприенко С.А. Экологически улучшенная технология обработки поверхности алюминиевых сплавов // *Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн*. 2016. №7. Ст. 02. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 25.06.2018). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-7-2-2.
9. Илларионов Э.И., Колобнев Н.И., Горбунов П.З., Каблов Е.Н. Алюминиевые сплавы в авиакосмической технике. М.: Наука, 2001. 192 с.
10. Кулюшина Н.В., Козлов И.А., Кутырев А.Е., Ваграмян Т.А. Адгезионные покрытия на основе триалкоксисиланов для алюминия и стали // *Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн*. 2015. №8. Ст. 05. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 25.06.2018) DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-8-5-5.
11. Скопинцев В.Д. Оксидирование алюминия и его сплавов. М.: РХТУ им. Д.И. Менделеева, 2015. 120 с.
12. Войтович В.А. Способы подготовки поверхности изделий из металлов и сплавов // *Клеи. Герметики. Технологии*. 2005. №9. С. 19–23.
13. Ebnesajjad S. Handbook of adhesives and surface preparation. Technology, Applications and Manufacturing. William Andrew Publishing, 2011. 450 p. DOI: 10.1016/C2010-0-65918-9.
14. Ufferman B., Abke T., Barker M. et al. Mechanical properties of joints in 5052 aluminum made with adhesive bonding and mechanical fasteners // *International Journal of Adhesion and Adhesives*. 2018. Vol. 83. P. 96–102.
15. Chuang Gao, Long Li, Xin Chen et al. The effect of surface preparation on the bond strength of Al–St strips in CRB process // *Materials & Design*. 2016. Vol. 107. P. 205–211.
16. Keisuke Nagato, Takumu Yamaguchi, Masayuki Nakao. Anchoring and chemical-bonding effects of anodic alumina microstructure on adhesion strength // *CIRP Annals*. URL: <http://www.cirp.net> (дата обращения: 25.06.2018).
17. Каримова С.А., Кутырев А.Е., Павловская Т.Г., Захаров К.Е. Низкотемпературное уплотнение анодно-оксидных покрытий на деталях из алюминиевых сплавов // *Авиационные материалы и технологии*. 2014. №4. С. 9–17. DOI: 10.18577/2071-9140-2014-0-4-9-17.
18. DeMejo L.P., Rimai D.S., Sharpe L.H. Fundamentals of Adhesion and Interfaces. London: Taylor & Francis, 1999. 201 p.
19. Козлов И.А., Павловская Т.Г., Захаров К.Е., Волков И.А. Экологически улучшенные технологии подготовки поверхности алюминиевых сплавов // *Адгезионные материалы: сб. докл. науч.-технич. конф.* М.: ВИАМ. 2016. С. 13 (CD).