

Исследование прочности сцепления цинкового гальванопокрытия с восстанавливаемой поверхностью деталей машин из серого чугуна методом планирования факторного эксперимента

Ю.А. Захаров

Пензенский государственный университет архитектуры и строительства

Аннотация: Для обеспечения стабильности процесса гальванического осаждения и высокого качества получаемого осадка необходимо знать зависимости всех протекающих процессов от технологических факторов и режимов. Степень влияния технологических факторов на поведение деталей машин, изготовленных из серого чугуна, при травлении и осаждении цинковых гальванопокрытий не одинакова, поэтому существует необходимость проведения электрохимических исследований в лабораторных условиях. Методика проведения подобных исследований имеет общую направленность и частные условия в каждом конкретном случае. В статье подробно изложена методика электрохимических исследований серого чугуна в сернокислом электролите цинкования при восстановлении деталей машин гальваническим осаждением цинкового покрытия. Рассмотрены основные условия, необходимые для получения достоверных исчерпывающих результатов, которые позволят определить оптимальные условия проведения гальванического цинкования деталей машин из серого чугуна.

Ключевые слова: технологический фактор, электрохимические исследования, поляризационные кривые, электрохимическая ячейка, электрод, потенциостат.

Для определения степени влияния основных технологических факторов при травлении и начальном режиме осаждения на прочность сцепления покрытия с чугуном предлагается использовать планирование эксперимента методом Бокса-Уилсона [1-5].

Этот метод позволяет получить математическую зависимость процесса, используя факторное планирование, регрессионный анализ и движение по градиенту.

В исследованиях применяли полный и дробный факторный эксперимент (ПФЭ и ДФЭ). При этом составляли дробную матрицу планирования, сохраняющую четыре основных свойства полной матрицы:

симметричность относительно центра эксперимента – алгебраическая сумма элементов каждого столбца равна нулю;

условия нормировки – сумма квадратов элементов каждого столбца

равна числу опытов;

ортогональность матрицы планирования – сумма почленных произведений любых двух векторов столбцов матрицы равна нулю;

ротатабельность – все точки матрицы должны быть подобраны так, чтобы точность предсказания значений параметра оптимизации была одинакова на равных расстояниях от центра эксперимента и не зависела бы от направления.

Априорная информация показывает, что основными факторами, влияющими на прочность сцепления покрытия с серым чугуном, являются: анодная плотность тока при травлении – D_a , время выдержки при D_a – τ . Прочность сцепления при этом можно выразить формулой

$$\sigma_{\text{сц}} = f(D_a, \tau) \quad (1)$$

Для установления математической зависимости производительности электроосаждения и физико-механических свойств от перечисленных факторов реализовали полный факторный эксперимент ПФЭ 22.

Границы варьирования факторов определяли на основании предварительных исследований. Для каждого фактора выбирали и интервалы варьирования (табл. 1).

Таблица 1

Интервалы и уровни варьирования факторов

Наименование фактора	Обозначение фактора	Единица измерения	Интервал варьирования	Уровни факторов		
				нижний	основной	верхний
1. Анодная плотность тока D_a	x_1	А/дм ²	10	10	20	30
2. Время выдержки при D_a τ	x_2	с	10	35	45	55

Перевод натуральных значений факторов в кодированные проводится по формуле

$$X_i = (x_i - x_{i0})/\varepsilon_i, \quad (2)$$

где X_i – кодированное значение i -го фактора;
 x_i – натуральное значение i -го фактора;
 x_{i0} – натуральное значение основного уровня;
 ε_i – интервал варьирования.

Каждый опыт проводили с двукратной повторностью при трех параллельных измерениях. Порядок проведения опытов принимали из таблицы случайных чисел (табл. 2).

Для ПФЭ 22 уравнение регрессии можно записать следующим образом:

$$Y = b_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + b_{12}x_1x_2 \quad (3)$$

Таблица 2

Матрица планирования ПФЭ 22

Номер опыта	x_0	x_1	x_2	x_1x_2
1	+	–	–	+
2	+	+	–	–
3	+	–	+	–
4	+	+	+	+

В результате предварительных экспериментов установлено, что на прочность сцепления с чугуном также оказывает влияние режим начального периода осаждения цинка.

По имеющимся данным [1, 6-9], одним из факторов, оказывающих влияние на прочность сцепления покрытия с основой, является время выхода на рабочий режим – оно должно быть в пределах 360...480 с.

Тогда зависимость прочности сцепления от основных факторов может быть представлена выражением

$$\sigma_{сц} = f(\beta_n, D_{кн}, T, t, v, pH), \quad (4)$$

где β_n – катодно-анодный показатель в начале электролиза; $D_{кн}$ – начальная катодная плотность тока; T – температура электролита; t – время выдержки без тока; v – скорость движения электролита; pH – кислотность

электролита.

Для установления математической зависимости прочности сцепления цинкового покрытия с серым чугуном от перечисленных факторов реализовали дробный факторный эксперимент (ДФЭ) 2⁶–3. Границы варьирования факторов определяли на основании предварительных исследований. Для каждого фактора выбирали и интервалы варьирования (табл. 3).

Таблица 3

Интервалы и уровни варьирования факторов

Наименование фактора	Обозначение фактора	Единица измерения	Интервал варьирования	Уровни факторов		
				нижний	основной	верхний
1. Катодно-анодный показатель β	x_1	–	0,25	1,25	1,5	1,75
2. Начальная катодная плотность тока $D_{кн}$	x_2	А/дм ²	5	10	15	20
3. Температура электролита Т	x_3	К	10	293	303	313
4. Кислотность электролита	x_6	рН	0,5	3,5	4	4,5
5. Скорость движения электролита v	x_5	м/с	0,1	0,1	0,2	0,3
6. Время выдержки без тока t	x_4	с	10	20	30	40

1/8 реплика 2⁶–3 задается генерирующими соотношениями:

$$x_4 = x_1x_2x_3; \quad x_5 = x_1x_2; \quad x_6 = x_1x_3$$

Имеем следующие определяющие контрасты:

$$1 = x_1x_2x_3x_4, \quad 1 = x_1x_2x_5, \quad 1 = x_1x_3x_6.$$

Обобщающий определяющий контраст:

$$1 = x_1x_2x_3x_4 = x_1x_2x_5 = x_1x_3x_6 = x_3x_4x_5 = x_2x_4x_6 = x_2x_3x_5x_6 = x_1x_4x_5x_6$$

Совместные оценки будут определяться следующим образом:

$$\begin{aligned} b_1 &\rightarrow \beta_1 + \beta_{25} + \beta_{36} + \beta_{234} + \beta_{456}; & b_4 &\rightarrow \beta_4 + \beta_{35} + \beta_{26} + \beta_{123} + \beta_{156}; \\ b_2 &\rightarrow \beta_2 + \beta_{15} + \beta_{46} + \beta_{134} + \beta_{356}; & b_5 &\rightarrow \beta_5 + \beta_{12} + \beta_{34} + \beta_{236} + \beta_{146}; \\ b_3 &\rightarrow \beta_3 + \beta_{16} + \beta_{45} + \beta_{124} + \beta_{256}; & b_6 &\rightarrow \beta_6 + \beta_{13} + \beta_{24} + \beta_{235} + \beta_{145}. \end{aligned}$$

Уравнение регрессии, представляющее собой выборочную оценку функции Y отклика $\sigma_{\text{сц}}$, можно записать следующим образом:

$$Y = b_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3 + b_4x_4 + b_5x_5 + b_6x_6 + b_{23}x_2x_3 \quad (5)$$

Для получения уравнения регрессии, адекватно описывающего исследуемый процесс, проводили статистическую обработку результатов планирования эксперимента (табл. 4) [1, 10].

Таблица 4

Матрица планирования ДФЭ 26–3

Номер опыта	x_1	x_2	x_3	x_4	x_5	x_6	x_2x_3
1	+	+	–	–	+	–	–
2	–	+	–	+	–	+	–
3	+	–	–	+	–	–	+
4	–	–	–	–	+	+	+
5	+	+	+	+	+	+	+
6	–	+	+	–	–	–	+
7	+	–	+	–	–	+	–
8	–	–	+	+	+	–	–

Для каждой строки матрицы по результатам параллельных опытов находили среднее арифметическое значение \bar{y}_i параметра оптимизации Y .

$$\bar{y}_i = \frac{1}{n} \sum_{u=1}^n y_{iu}, \quad (6)$$

где u – номер параллельного опыта; n – число параллельных опытов в i -й строке матрицы; y_{iu} – значение параметра оптимизации в u -параллельном опыте i -строки матрицы.

Построчные дисперсии рассчитывали по формуле

$$S_i^2 = \frac{1}{n-1} \sum_{u=1}^n (y_{iu} - \bar{y}_i)^2, \quad (7)$$

где $n = 1, 2, \dots$, – число всех точек плана, равное числу строк; $n-1 = f_u$ – число степеней свободы, которое равно числу параллельных опытов без

одного.

Проверку однородности дисперсий (при одинаковом количестве опытов в каждой строке) проводили по критерию Кохрена:

$$G_p = \frac{S_{\max}^2}{\sum_{i=1}^N S_i^2} \quad (8)$$

Экспериментальное значение критерия Кохрена сравнивали с табличным, для восьми опытов и числа степеней свободы $n-1=5$, при уровне значимости $P = 0,05$.

Оценку дисперсий воспроизводимости результатов определяли соотношением:

$$S_y^2 = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N S_i^2, \quad (9)$$

где $N(n-1) = f_y$ – число степеней свободы, $f_y = 8(6-1) = 40$.

Коэффициенты модели рассчитывали по следующим формулам:

а) свободный член

$$b_0 = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \bar{y}_i, \quad (10)$$

б) коэффициенты регрессии, характеризующие линейные эффекты,

$$b_g = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \bar{y}_i X_{ig}, \quad (11)$$

в) коэффициенты регрессии, характеризующие эффекты взаимодействия

$$b_{gl} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \bar{y}_i X_{il} X_{ig}, \quad (12)$$

где X_{gi} и X_{li} – кодированные значения (± 1) факторов g и l в i -опыте; \bar{y}_i – среднее значение параметра оптимизации в i -опыте.

Значимость коэффициентов регрессии определяли по t-критерию Стьюдента:

$$S_{\{b_g\}}^2 = \frac{S_y^2}{nN},$$
$$\Delta b_g = \pm t_T \cdot S_{\{b_g\}},$$
(13)

где Δb_g – доверительный интервал.

Значение t-критерия принимается по табличным данным для уровня значимости $P = 0,95$ и числа степеней свободы $N(n - 1)$. Коэффициенты уравнения регрессии значимы, если их абсолютные значения больше доверительного интервала [1, 3, 11-17].

Дисперсию адекватности модели определяли по формуле

$$S_{ад}^2 = \frac{n \sum_{i=1}^N (\bar{Y}_i - \hat{Y}_i)^2}{f},$$
(14)

где \hat{Y}_i – расчетное значение отклика; f – число степеней свободы дисперсии адекватности

$$f = N - (k + 1),$$
(15)

где k – число факторов.

Критерий Фишера для проверки гипотезы адекватности:

$$F = \frac{S_{ад}^2}{S_y^2}$$
(16)

Полученное значение критерия сравнивали с табличным, для числа степеней свободы числителя $f = N(k + 1)$ и знаменателя $N(n - 1)$.

Литература

1. Захаров Ю.А. Совершенствование технологии восстановления посадочных отверстий корпусных деталей проточным электролитическим цинкованием: дис. ... канд. техн. наук: 05.20.03: защищена 20.12.01: утв. 26.04.02 / Захаров Юрий Альбертович. Пенза, 2001. 170 с.

2. Захаров Ю.А., Ремзин Е.В., Мусатов Г.А. Основные дефекты корпусных деталей автомобилей и способы их устранения, применяемые в авторемонтном производстве // Инженерный вестник Дона, 2014, №4. URL: ivdon.ru/ru/magazine/archive/N4y2014/2584.

3. Захаров Ю.А., Спицын И.А., Ремзин Е.В., Мусатов Г.А. Устройство для гальваномеханического осаждения покрытий на внутренние цилиндрические поверхности деталей автомобилей // Инженерный вестник Дона, 2014, №4. URL: ivdon.ru/ru/magazine/archive/N4y2014/2676.

4. Захаров Ю.А., Спицын И.А., Мусатов Г.А. Теоретическое обоснование повышения производительности гальванического осаждения покрытий на восстанавливаемые поверхности деталей автомобилей // Инженерный вестник Дона, 2015, №2 ч.2 URL: ivdon.ru/ru/magazine/archive/n2p2y2015/2814.

5. Захаров Ю.А., Спицын И.А., Мусатов Г.А. Теоретическое обоснование возможности анодного травления восстанавливаемых деталей автомобилей в серноокислом электролите цинкования // Инженерный вестник Дона, 2015, №1 ч.2. URL: ivdon.ru/ru/magazine/archive/n1p2y2015/2813.

6. Захаров Ю.А., Мусатов Г.А. Выбор, контроль и корректировка электролита цинкования восстанавливаемых поверхностей деталей автомобилей // Инженерный вестник Дона, 2015, №2. URL: ivdon.ru/ru/magazine/archive/n2y2015/2861

7. Everer, P. J. // App. Polym. Sci. 2001, v. 15, №12; p. 3067

8. Mao T.J., Reigen S.L. Adhesion and Cohesion. Amsterdam, Elsevier Publ. Corp., 2002, p.209.

9. Захаров Ю. А., Рылякин Е. Г., Семов И. Н. Восстановление посадочных поверхностей корпусных деталей машин проточным гальваническим цинкованием // Молодой ученый. 2014. №17. С. 58-62.

10. Захаров Ю. А., Рылякин Е. Г., Семов И. Н. Восстановление корпусных деталей гальваническим цинкованием // Актуальные вопросы современной науки. Научный журнал. № 4 (4). 2014. С. 11-16.

11. Захаров Ю.А., Ремизов Е.В., Мусатов Г.А. Анализ способов восстановления корпусных деталей транспортно-технологических машин и комплексов // Молодой ученый. 2014. №19. С. 202-204.

12. Захаров Ю.А., Ремизов Е.В., Мусатов Г.А. Преимущества гальваномеханического осаждения металлов при восстановлении деталей мобильных машин // Молодой ученый. 2015. №1. С. 66-68.

13. Захаров Ю.А., Спицын И.А., Ремзин Е.В., Мусатов Г.А. К вопросу о совершенствовании гальванических способов восстановления деталей мобильных машин // Модели, системы, сети в экономике, технике, природе и обществе. 2014. №4(12). С. 99-104.

14. Захаров Ю.А., Спицын И.А., Ремзин Е.В., Мусатов Г.А. Совершенствование технологического процесса гальванического цинкования деталей транспортно-технологических машин и комплексов // Модели, системы, сети в экономике, технике, природе и обществе. 2014. №4(12). С. 105-111.

15. Захаров Ю.А., Мусатов Г.А. Оценка качества гальванического покрытия деталей автомобилей // Современные научные исследования и инновации. 2015. № 2 URL: web.snauka.ru/issues/2015/02/46872.

16. Захаров Ю.А., Мусатов Г.А. Предварительная подготовка поверхности деталей машин к гальваническому осаждению покрытий // Современные научные исследования и инновации. 2015. № 2. URL: web.snauka.ru/issues/2015/02/46539.

17. Пат. 2155827 РФ, МПК: 7С 25D 5/06 А. Устройство для электролитического нанесения покрытий / И.А. Спицын, Ю.А. Захаров; заявитель и патентообладатель ФГОУ ВПО "Пензенская государственная сельскохозяйственная академия" (RU). № 99115796/02, заявл. 16.07.1999; опубл. 10.09.2000, Бюл. № 25. – 8 с.

References

1. Zakharov Yu.A. Sovershenstvovanie tekhnologii vosstanovleniya posadochnykh otverstiy korpusnykh detaley protochnym elektroliticheskim tsinkovaniem [Improvement of technology of restoration of landing openings of case details flowing electrolytic galvanizing]: dis. ... kand. tekhn. nauk: 05.20.03: zashchishchena 20.12.01: utv. 26.04.02. Zakharov Yuriy Al'bertovich. Penza, 2001. 170 p.
2. Zakharov Yu.A., Remzin E.V., Musatov G.A. Inženernyj vestnik Dona (Rus), 2014, №4. URL: ivdon.ru/ru/magazine/archive/N4y2014/2584.
3. Zakharov Yu.A., Spicyn I.A., Remzin E.V., Musatov G.A. Inženernyj vestnik Dona (Rus), 2014, №4. URL: ivdon.ru/ru/magazine/archive/N4y2014/2676.
4. Zakharov YU.A., Spicyn I.A., Musatov G.A. Inženernyj vestnik Dona (Rus), 2015, №2 ch.2. URL: ivdon.ru/ru/magazine/archive/n2p2y2015/2814.
5. Zakharov YU.A., Spicyn I.A., Musatov G.A. Inženernyj vestnik Dona (Rus), 2015, №1 ch.2. URL: ivdon.ru/ru/magazine/archive/n1p2y2015/2813.
6. Zakharov YU.A., Musatov G.A. Inženernyj vestnik Dona (Rus), 2015, №2. URL: ivdon.ru/ru/magazine/archive/n2y2015/2861
7. Everer, P. J. //App. Polym. Sci. 2001, v. 15, №12; pp. 3067
8. Mao T.J., Reigen S.L. Adhesion and Cohesion. Amsterdam, Elsevier Publ. Corp., 2002, pp.209.
9. Zakharov Yu. A., Rylyakin E. G., Semov I. N. Molodoy uchenyy. 2014. №17. pp. 58-62.



10. Zakharov Yu.A., Rylyakin E.G., Semov I.N. Aktual'nye voprosy sovremennoy nauki. Nauchnyy zhurnal. № 4 (4). 2014. pp. 11-16.
11. Zakharov Yu.A., Remizov E.V., Musatov G.A. Molodoj uchenyj. 2014. №19. pp. 202-204.
12. Zakharov Yu.A., Remizov E.V., Musatov G.A. Molodoj uchenyj. 2015. №1. pp. 66-68.
13. Zakharov Yu.A., Spicyn I.A., Remzin E.V., Musatov G.A. Modeli, sistemy, seti v ehkonomie, tekhnike, prirode i obshchestve. 2014. №4(12). pp. 99-104.
14. Zakharov Yu.A., Spicyn I.A., Remzin E.V., Musatov G.A. Modeli, sistemy, seti v ehkonomie, tekhnike, prirode i obshchestve. 2014. №4 (12). pp. 105-111.
15. Zakharov Yu.A., Musatov G.A. Sovremennye nauchnye issledovaniya i innovacii. 2015. № 2. URL: web.snauka.ru/issues/2015/02/46872.
16. Zakharov Yu.A., Musatov G.A. Sovremennye nauchnye issledovaniya i innovacii. 2015. № 2. URL: web.snauka.ru/issues/2015/02/46539.
17. Pat. 2155827 RF, MPK: 7C 25D 5/06 A. Ustroystvo dlya elektroliticheskogo naneseniya pokrytij [The device for electrolytic drawing coverings] I.A. Spitsyn, Yu.A. Zakharov; zayavitel' i patentoobladatel' FGOU VPO "Penzenskaya gosudarstvennaya sel'skokhozyaystvennaya akademiya" (RU). № 99115796/02, zayavl. 16.07.1999; opubl. 10.09.2000, Byul. № 25. 8 p.