

MICROSTRUCTURES AND PROPERTIES OF ANODIC OXIDE LAYERS ON MULTI-PHASE DIE-CASTING ALUMINIUM ALLOY A356.0 FORMED AT LOW TEMPERATURE

Nguyen Thi Van Thanh

Hanoi University of Science and Technology

ARTICLE INFO	ABSTRACT
Received: 04/4/2022 Revised: 12/5/2022 Published: 19/5/2022	To form a thick, uniform and high wear resistance anodic oxide layer on multi-phase die castings poses some of the most challenging problems in anodizing. In this work, the microstructures and properties of the anodic oxide layers formed on A356.0 aluminium alloy in H₂SO₄ electrolyte at low temperature were presented. The experimental results indicate that at anodizing temperature of (- 6°C) ÷ (- 5°C) and H₂SO₄ electrolyte concentration of 180 g/l, the thickness of the anodic oxide is more than 90 µm, the microhardness is high as 500 HV, the wear rate is high as that of the heat treated bearing steel. The thickness of the anodic oxide layer increases as the anodizing current density and the anodizing time increase then gradually decreases after reaching the critical value. The microhardness of the anodic oxide layer tends to decrease with increasing thickness. The investigation in the microstructures of the anodic oxide reveals that these properties are relate to the multi-phase microstructure of the alloy.
KEYWORDS	
Al-Si alloy A356.0 alloy Anodizing in H₂SO₄ Hard anodizing Wear resistance	

TỔ CHỨC VÀ TÍNH CHẤT CỦA LỚP ANỐT HÓA NHIỆT ĐỘ THẤP TRÊN HỢP KIM NHÔM ĐÚC ĐA PHA A356.0

Nguyễn Thị Vân Thanh

Trường Đại học Bách khoa Hà Nội

THÔNG TIN BÀI BÁO	TÓM TẮT
Ngày nhận bài: 04/4/2022 Ngày hoàn thiện: 12/5/2022 Ngày đăng: 19/5/2022	Việc tạo ra một lớp ôxit dày, đồng đều, có tính chống mài mòn cao trên hợp kim nhôm đúc đa pha luôn là một thách thức đối với công nghệ anốt hóa. Trong bài báo này, tổ chức và tính chất của lớp anốt hình thành trên hợp kim nhôm đúc đa pha A356.0 bằng công nghệ anốt hóa trong dung dịch H₂SO₄ ở nhiệt độ thấp được trình bày. Kết quả thực nghiệm cho thấy, với nhiệt độ anốt hóa (- 6°C) ÷ (- 5°C), nồng độ dung dịch H₂SO₄ là 180 g/l, lớp ôxit anốt được hình thành trên hợp kim có chiều dày hơn 90 µm, độ cứng đạt được xấp xỉ 500 HV, cường độ mài mòn tương đương với thép hợp kim dụng cụ sau xử lý nhiệt. Chiều dày lớp ôxit càng tăng khi mật độ dòng anốt và thời gian anốt hóa tăng sau đó có xu hướng giảm dần khi vượt ngưỡng giá trị tới hạn. Độ cứng lớp ôxit có xu hướng giảm dần khi chiều dày tăng. Khảo sát cấu trúc của lớp ôxit cho thấy, những tính chất này liên quan đến tổ chức đa pha của hợp kim.
TỪ KHÓA	
Hợp kim Al-Si Hợp kim A356.0 Anốt hóa trong dung dịch H₂SO₄ Anốt hóa cứng Chịu mài mòn	

DOI: <https://doi.org/10.34238/tnu-jst.5812>

Email: thanh.nguyenthivan@hust.edu.vn

<http://jst.tnu.edu.vn>

310

Email: jst@tnu.edu.vn

1. Giới thiệu

Ngày nay, các ngành công nghiệp chế tạo có xu hướng sử dụng vật liệu có độ bền riêng cao để thay thế các vật liệu truyền thống có độ bền riêng nhỏ [1]. Hợp kim nhôm độ bền cao (Al-Si, Al-Cu-Mg, Al-Zn-Mg-Cu,...) và các công nghệ xử lý nhiệt và các công nghệ xử lý bề mặt cho vật liệu này ngày càng được chú trọng nghiên cứu [2]-[5]. Trong các ứng dụng cần bề mặt sản phẩm có độ cứng cao, chịu mài mòn, có hệ số ma sát nhỏ, chịu ăn mòn và bền nhiệt thì công nghệ anốt hóa luôn được áp dụng để xử lý bề mặt cho các sản phẩm chế tạo từ hợp kim nhôm [2], [6]-[10]. Độ cứng tối thiểu của lớp ôxít tạo ra trên các sản phẩm này phải có giá trị tối thiểu 400-500 HV, chiều dày yêu cầu thường lớn hơn 25 μm [6]. Để đạt được các yêu cầu đó, công nghệ anốt hóa trong dung dịch H_2SO_4 thường thực hiện ở nhiệt độ thấp (nhỏ hơn 10°C) và mật độ dòng lớn để đảm bảo tốc độ phát triển lớp ôxít lớn hơn tốc độ hòa tan lớp này [6], [8]-[11]. Công nghệ này thường gọi là công nghệ anốt hóa cứng.

Tuy nhiên, sự có mặt của các nguyên tố hợp kim trong các hợp kim nhôm độ bền cao, tạo ra các pha thứ hai trên nền dung dịch rắn của nhôm, làm ảnh hưởng rất lớn đến độ cứng cũng như chiều dày của lớp ôxít được tạo ra trong quá trình anốt hóa [12], [13]. Sự tồn tại của các pha không hòa tan, các pha hòa tan mạnh hay hòa tan một phần (do phản ứng với H_2SO_4) trong hợp kim, gây ra các hiệu ứng như: cản trở khuếch tán của ion nhôm ra bề mặt cho quá trình tạo lớp ôxít; tăng nhiệt độ dung dịch tại bề mặt hợp kim (do phản ứng hòa tan của pha thứ hai khi tiếp xúc với H_2SO_4); tạo ra các rỗ xốp trong lớp ôxít (do pha thứ hai bị hòa tan, hoặc bong ra khỏi lớp ôxít)... Những hiệu ứng này sẽ làm giảm tốc độ hình thành và tăng tốc độ hòa tan Al_2O_3 , làm ảnh hưởng đến chiều dày của lớp ôxít; hơn nữa còn tạo ra các khuyết tật làm giảm độ cứng của lớp ôxít này. Những hiệu ứng này là nguyên nhân khiến cho lớp ôxít tạo ra trên các hợp kim nhôm đa pha mỏng, không đồng đều và có độ cứng không đạt theo yêu cầu.

Hợp kim nhôm đúc là hệ hợp kim được ứng dụng rất nhiều trong ngành công nghiệp chế tạo (ô tô, máy bay,...) nhưng các công trình nghiên cứu về công nghệ anốt tạo lớp ôxít dày, có độ cứng cao, tính chống mài mòn tốt còn rất hạn chế so với số lượng các nghiên cứu về công nghệ anốt hóa trên hợp kim nhôm biến dạng. Đặc biệt là các công trình nghiên cứu trong nước trên cơ sở hợp kim nhôm đúc nội địa.

Hơn nữa, hợp kim nhôm đúc thường chứa silic và đồng với hàm lượng lớn bên cạnh tạp chất là sắt, nên hệ hợp kim này là hợp kim đa pha; điều này khiến cho việc tạo ra lớp Al_2O_3 bằng công nghệ anốt hóa trên những hợp kim nhôm đúc rất khó khăn và không thể áp dụng các kết quả nghiên cứu về công nghệ anốt hóa của hệ hợp kim nhôm khác [3], [14]-[17]. Hợp kim nhôm đúc A356.0 là hợp kim nhôm silic đa pha tiêu biểu có nhiều ứng dụng trong ngành cơ khí chế tạo máy [6], [9], [18]. A356.0 có thành phần pha phức tạp, trong đó đáng kể pha Si tự do và Si trong cùng tinh, một số pha hóa bền khác với lượng nhỏ có thể tồn tại như Mg_2Si , $\text{Al}_x\text{Mg}_5\text{Cu}_4\text{Si}_4$, CuAl_2 , $\beta(\text{Al-Fe-Si})$, $\alpha(\text{Al-Fe-Si})$, $\alpha(\text{Al-Fe-Si-Mn})$... Do vậy, nghiên cứu công nghệ anốt hóa, đặc biệt là anốt hóa cứng cho hợp kim nhôm này sẽ mở ra các hướng ứng dụng trong nhiều lĩnh vực công nghiệp, đời sống và quốc phòng.

Bài báo trình bày sự ảnh hưởng của mật độ dòng, thời gian anốt hóa đến độ cứng và chiều dày của lớp ôxít được tạo ra bằng công nghệ anốt hóa trong dung dịch H_2SO_4 có nồng độ 180 g/l ở nhiệt độ (- 6°C) ÷ (- 5°C) cho hợp kim nhôm đúc A356.0. Cấu trúc, độ cứng tế vi và tính chống mài mòn của lớp anốt hóa được khảo sát; đồng thời, ảnh hưởng của các pha thứ hai trong hợp kim đến tổ chức và tính chất của lớp anốt hóa cũng được bàn luận.

2. Phương pháp nghiên cứu

Các mẫu hợp kim nhôm đúc A356.0 sử dụng trong nghiên cứu được sản xuất trong nước theo tiêu chuẩn của Aluminum Association – Mỹ. Thành phần hóa học của các mẫu hợp kim trong nghiên cứu này được phân tích và có thành phần như trong bảng 1. Các mẫu hợp kim được thực hiện anốt hóa là sản phẩm hoàn chỉnh sau đúc áp lực và làm sạch bề mặt.

Bảng 1. Thành phần hóa học của hợp kim nhôm đúc A356.0 sử dụng trong nghiên cứu

%Si	%Fe	%Mg	%Mn	%Cu	%Sn	%Zn	%Ti	%Al
7,1175	0,5676	0,2779	0,0224	0,0280	0,1196	0,0599	0,1384	Còn lại

Các mẫu hợp kim sau quá trình tiền xử lý, được anốt hóa trong dung dịch H_2SO_4 180 g/l, nhiệt độ dung dịch được duy trì không đổi từ $(-6^\circ\text{C}) \div (-5^\circ\text{C})$, dung dịch được tuần hoàn và khuấy trộn bằng bơm chịu axit để đạt được sự đồng đều nhiệt độ trong toàn bể. Mật độ dòng anốt khảo sát thay đổi từ $4 \div 7 \text{ A/dm}^2$, thời gian anốt hóa thực hiện từ 20-80 phút. Độ cứng của lớp anốt hóa được đo trên máy đo độ cứng tế vi Duramin 2 (Struer - Đan Mạch). Chiều dày, độ đồng đều về chiều dày của lớp anốt hóa được quan sát và phân tích trên kính hiển vi quang học Axiovert 25CA (Carl Zeiss – Đức). Giá trị độ cứng và chiều dày là giá trị trung bình lấy từ ba mẫu khác nhau. Ảnh SEM, phân tích EDS được thực hiện trên hiển vi điện tử Nova NanoSEM 450. Cường độ mài mòn được kiểm tra bằng phương pháp Pin-on-disc. Công thức xác định cường độ mài mòn (g/N.mm) $I = \Delta m / (P.S)$, với Δm là khối lượng hao hụt; P là tải trọng thử; S quãng đường chạy mòn.

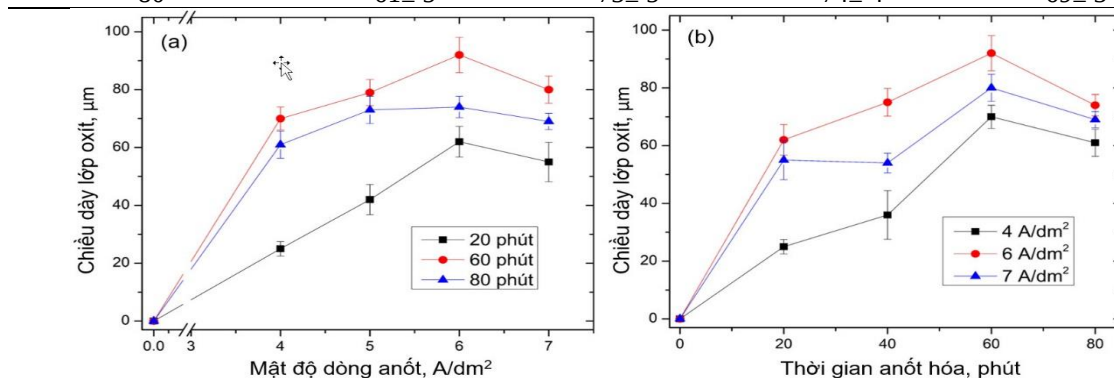
3. Kết quả và bàn luận

3.1. Ảnh hưởng của mật độ dòng và thời gian anốt đến chiều dày lớp anốt hoá

Để khảo sát ảnh hưởng của mật độ dòng và thời gian anốt đến chiều dày lớp anốt hóa, các thí nghiệm được thực hiện tại các mật độ dòng 4, 5, 6 và 7 A/dm^2 trong thời gian 20, 40, 60 và 80 phút. Kết quả chiều dày nhận được trên bề mặt mẫu hợp kim được trình bày trong bảng 2 dưới đây.

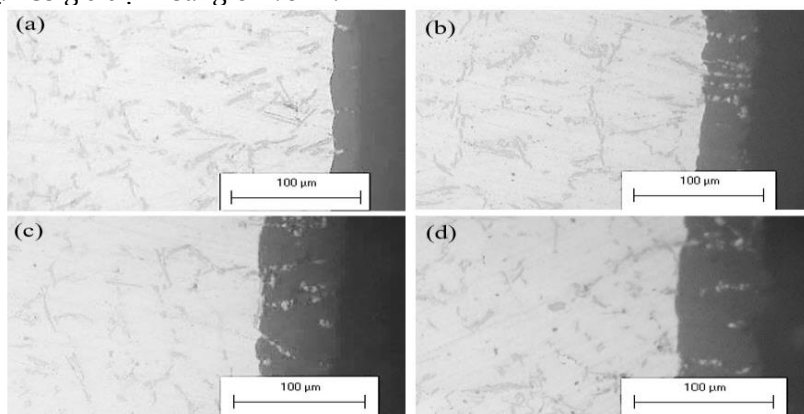
Bảng 2. Chiều dày lớp anốt hoá với mật độ dòng và thời gian anốt hoá khác nhau

Thời gian anốt (phút)	Mật độ dòng (A/dm^2)			
	4	5	6	7
	Chiều dày lớp oxít (μm)			
20	25 ± 3	42 ± 5	62 ± 5	55 ± 7
40	36 ± 8	54 ± 4	75 ± 5	54 ± 3
60	70 ± 4	79 ± 5	92 ± 6	80 ± 5
80	61 ± 5	73 ± 5	74 ± 4	69 ± 3

**Hình 1.** Đồ thị biểu thị quan hệ chiều dày lớp anốt hóa với (a) mật độ dòng và (b) thời gian anốt

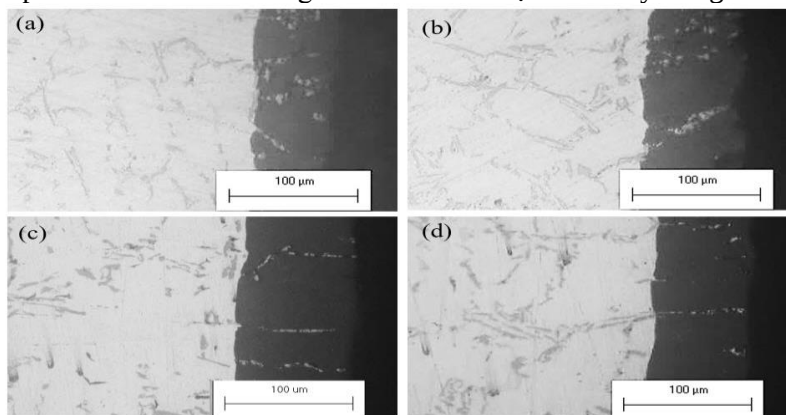
Để thấy được rõ hơn xu hướng thay đổi chiều dày lớp anốt khi mật độ dòng và thời gian anốt thay đổi, số liệu bảng 2 được đưa ra dưới dạng đồ thị trong hình 1. Tại tất cả các thời gian, khi mật độ dòng tăng từ 4 đến 6 A/dm^2 thì chiều dày tăng; đạt giá trị cực đại tại 6 A/dm^2 , sau đó chiều dày giảm khi $J = 7 \text{ A/dm}^2$ (hình 1a). Cũng giống như ảnh hưởng của mật độ dòng, ảnh hưởng của thời gian đến chiều dày anốt hoá cũng có xu hướng tương tự. Khi thời gian anốt hoá tăng từ 20 đến 60 phút, chiều dày tăng lên và đạt giá trị cực đại khi thời gian anốt hoá bằng 60 phút; khi kéo dài thời gian anốt lên 80 phút thì chiều dày giảm đi đáng kể (hình 1b). Ảnh tổ chức tế vi lớp anốt hoá với các mật độ dòng khác nhau được đưa ra trên hình 2.

Theo lý thuyết về nhiệt động học của quá trình anốt hóa [19]-[22], các phản ứng trong quá trình anốt hóa đều là các phản ứng tỏa nhiệt. Hơn nữa, trong quá trình anốt chi tiết cũng tỏa nhiệt dưới tác dụng của dòng điện theo định luật Jun- Lenxơ. Do vậy, khi tăng mật độ dòng, điện áp đặt vào mẫu hợp kim lớn, tốc độ trao đổi ion trong các phản ứng tạo lớp ôxít tăng (tốc độ tạo màng V_{tm}), điện năng tổn hao dưới dạng nhiệt trên chi tiết càng lớn; sẽ khiến nhiệt lượng tỏa ra nhiều hơn và làm nóng bề mặt chi tiết và dung dịch H_2SO_4 lân cận. Điều này thúc đẩy H_2SO_4 phản ứng với Al_2O_3 và hòa tan lớp ôxít này (tốc độ hòa tan màng V_{htm}). Nhiệt độ dung dịch tăng đến khi $V_{tm} \leq V_{htm}$ thì chiều dày của lớp anốt sẽ không tăng và dần giảm xuống. Điều này hoàn toàn phù hợp với các kết quả nghiên cứu khác [9], [11], [14], [23] và với lý thuyết về mật độ dòng tới hạn ở mỗi nhiệt độ anốt hóa [20], [22]. Với nhiệt độ thực nghiệm trong bài báo này, mật độ dòng tới hạn có giá trị khoảng $6 A/dm^2$.



Hình 2. Ảnh tổ chức tế vi của lớp ôxít anốt trong thời gian 20 phút với mật độ dòng khác nhau: (a) $J = 4 A/dm^2$, (b) $J = 5 A/dm^2$, (c) $J = 6 A/dm^2$, (d) $J = 7 A/dm^2$

Đồ thị hình 1b biểu thị mối quan hệ giữa thời gian anốt và chiều dày lớp ôxít. Kết quả thực nghiệm này cho thấy, tại một giá trị mật độ dòng, khi kéo dài thời gian anốt chiều dày lớp ôxít thu được cũng tăng lên và đạt đến một giá trị cực đại sau đó giảm xuống. Với cùng một mật độ dòng anốt, cùng tốc độ trao đổi ion, khi kéo dài thời gian anốt hóa, lớp ôxít dày lên; nhiệt lượng tỏa ra vào dung dịch từ phản ứng tạo lớp ôxít cũng tăng lên. Hơn nữa, lớp Al_2O_3 dày lên đồng nghĩa việc điện trở lớp này càng tăng, nhiệt năng do điện năng tổn hao từ lớp này cũng tăng lên. Do đó, việc kéo dài thời gian anốt hóa cũng dẫn đến tăng nhiệt độ của dung dịch H_2SO_4 tiếp xúc với bề mặt chi tiết, làm tăng V_{htm} . Do vậy, khi tăng thời gian anốt hóa chiều dày lớp ôxít tăng nhanh thời gian ngắn, sau đó chậm dần có xu hướng giảm khi càng kéo dài thời gian anốt. Tổ chức tế vi của lớp anốt hóa với các thời gian khác nhau được trình bày trong hình 3.



Hình 3. Tổ chức tế vi lớp anốt với mật độ dòng $J = 6 A/dm^2$ trong thời gian khác nhau (a) 20 phút; (b) 40 phút; (c) 60 phút; (d) 80 phút

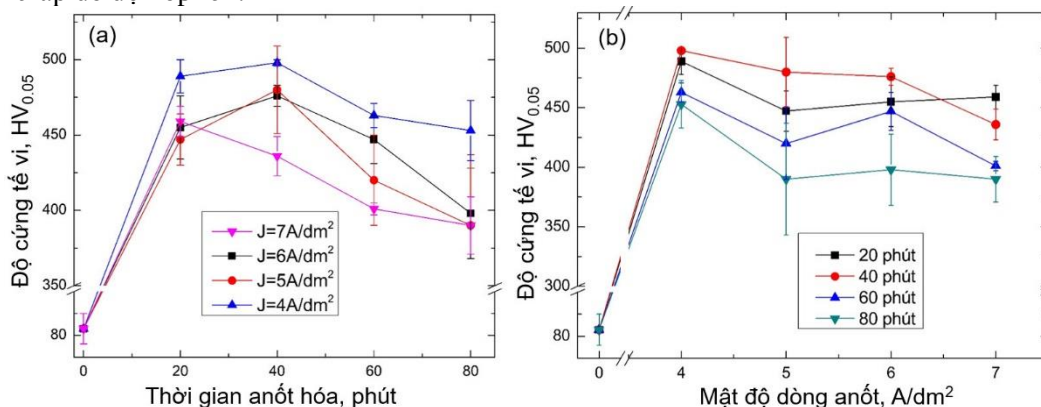
3.2. Khảo sát độ cứng tế vi của lớp anot hóa

Bảng 3 là kết quả độ cứng tế vi của lớp anot hóa ở mật độ dòng và thời gian anot hóa khác nhau. Các số liệu đo được trong bảng 3 được biểu đồ hóa trong hình 4. Nhận thấy rằng, khi kéo dài thời gian anot hóa, độ cứng tế vi lớp anot hóa có xu hướng giảm. Xu hướng tương tự xảy ra khi tăng mật độ dòng mặc dù không rõ rệt.

Bảng 3. Độ cứng tế vi lớp anot hoá với mật độ dòng và thời gian anot hoá khác nhau

Mật độ dòng (A/dm ²)	Thời gian (phút)			
	20	40	60	80
	Độ cứng (HV)			
4	489±11	498±2	463±8	453±20
5	447±17	480±29	420±30	390±47
6	455±21	476±7	447±16	398±30
7	459±10	436±13	401±4	390±19

Khi thời gian anot tăng, mật độ dòng tăng, tốc độ tạo Al₂O₃ tăng, nhiệt độ của dung dịch H₂SO₄ tại bề mặt tiếp xúc với Al₂O₃ tăng lên (như giải thích ở phần 3.1). Cấu trúc lớp Al₂O₃ được tạo bằng công nghệ anot hóa có cấu trúc dạng cột rỗng [19], [20], do đó, nhiệt độ dung dịch H₂SO₄ bên trong của cột ôxít này luôn cao hơn so với nhiệt độ dung dịch phía mặt ngoài của lớp ôxít vì sự đối lưu trao đổi nhiệt của dung dịch kém hơn. Do vậy, phản ứng giữa Al₂O₃ với H₂SO₄ tại thành các cột ôxít này xảy ra mạnh hơn. Dẫn đến lớp màng anot hóa có xu hướng xốp hơn (các cột Al₂O₃ rỗng hơn) mặc dù chiều dày lớp ôxít có thể vẫn tăng. Hơn nữa, trong lớp ôxít có cả các pha thứ hai, khi Al₂O₃ bị hòa tan, tạo cơ hội cho các pha thứ hai lộ ra và tiếp xúc với H₂SO₄. Các pha thứ hai phản ứng với axit sẽ bị tan đi toàn bộ hoặc một phần (các pha liên kim), còn các pha không phản ứng với axit (tinh thể Si) có thể bị bong ra do Al₂O₃ xung quanh bị hòa tan. Hiệu ứng hòa tan các pha thứ hai này sẽ để lại rỗ xốp trong lớp ôxít anot hóa. Hai lý do trên, anot với mật độ dòng lớn, hoặc thời gian dài, lớp ôxít đạt được chiều dày lớn nhưng có độ cứng tế vi thấp do độ xốp lớn.



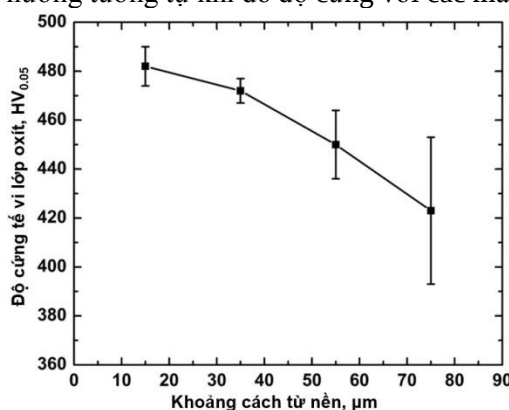
Hình 4. Đồ thị biểu thị quan hệ độ cứng tế vi của lớp anot hoá với (a) thời gian và (b) mật độ dòng anot

Giá trị độ cứng lớp anot hóa đo được trên các mẫu hợp kim A356.0 được đo tại vị trí ½ chiều dày lớp anot. Vì chiều dày của các mẫu rất khác nhau, đồng thời độ cứng lớp anot hóa là độ cứng chung của Al₂O₃, pha thứ hai và rỗ xốp nằm trong lớp màng. Sự phân bố các rỗ xốp và pha thứ hai trong lớp ôxít không giống giữa các mẫu, do đó, giá trị độ cứng dao động trong một khoảng khá rộng khi đo với các mẫu khác nhau. Đây là đặc điểm chung của các lớp anot hóa hình thành trên các hợp kim nhôm đúc đa pha [9], [11], [12], [14], [23].

Để khảo sát tính đồng nhất về độ cứng của lớp anot hóa, độ cứng tế vi được đo dọc theo mặt cắt ngang của lớp anot hóa trên mẫu J = 6 A/dm² trong thời gian 60 phút. Kết quả cho thấy, độ

cứng lớp anốt hóa đạt được cao nhất ở phía nền hợp kim và giảm dần ra phía bề mặt ngoài (hình 5). Giá trị độ cứng giảm khoảng 1 HV / 1 μm chiều dày lớp anốt hóa. Điều này được giải thích do ảnh hưởng của quá trình hòa tan Al_2O_3 và các pha thứ hai đến cấu trúc lớp anốt hóa. Do cơ chế phát triển của lớp màng anốt hóa, lớp anốt hóa sát bề mặt ngoài được hình thành đầu tiên và có thời gian tiếp xúc với dung dịch anốt hóa dài nhất. Do đó, sự hòa tan trên thành các cột Al_2O_3 của lớp màng anốt hóa cũng như của các pha thứ hai tăng dần từ nền ra bề mặt ngoài. Đây là nguyên nhân độ cứng lớp màng anốt hóa giảm dần theo chiều dày lớp anốt hóa từ nền ra bề mặt ngoài.

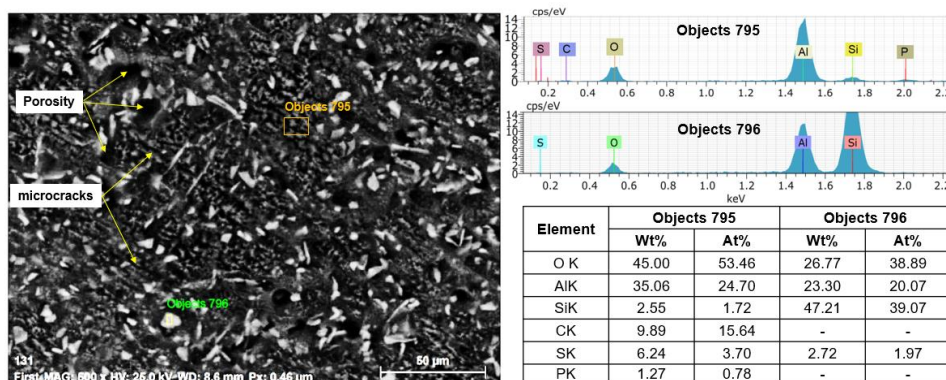
Độ lệch chuẩn khá lớn với giá trị độ cứng đo sát bề mặt ngoài của lớp ôxít có thể do sự phân bố không đều về độ xốp khi càng gần bề mặt ngoài lớp ôxít. Trong lớp ôxít, ngoài cấu trúc dạng cột của bản thân lớp anốt thì độ xốp còn phụ thuộc vào các rỗ xốp liên quan đến hiệu ứng hòa tan pha thứ hai để lại trong lớp ôxít này. Việc phân bố các pha thứ hai này ở tổ chức tế vi là không đồng đều giữa các mẫu anốt, dẫn đến tỷ lệ rỗ xốp là không đều nhau giữa các mẫu và các vùng khác nhau của vật đúc. Xu hướng tương tự khi đo độ cứng với các mẫu có thời gian anốt hóa dài.



Hình 5. Độ cứng tế vi dọc theo mặt cắt ngang của lớp anốt hóa

3.3. Khảo sát cấu trúc bề mặt lớp anốt hoá

Cấu trúc bề mặt lớp anốt hóa được khảo sát bằng SEM kết hợp với phân tích EDS và đưa ra trên hình 6. Dễ dàng nhận thấy, trên bề mặt lớp anốt hóa có rất nhiều rỗ xốp và rất nhiều các tinh thể màu sáng (được cho là các pha thứ hai chưa bị hòa tan). Các tinh thể màu sáng lộ ra trên bề mặt lớp anốt hóa được phân tích thành phần bằng EDS. Kết quả cho thấy, những tinh thể này là Si không phải là pha liên kim. Điều này được giải thích rằng vì Si là pha thứ hai chủ yếu trong hợp kim này, hơn nữa Si là pha không phản ứng với dung dịch anốt hóa H_2SO_4 . Những tinh thể này còn nằm lại trên bề mặt lớp ôxít vì quá trình hòa tan chỉ xảy ra tại lớp ôxít xung quanh tinh thể Si, ôxít bị hòa tan, làm tinh thể Si lộ ra. Cùng với quá trình hòa tan ôxít này, Si sẽ bị bong ra để lại rỗ xốp trong lớp ôxít. Các rỗ xốp trên bề mặt lớp anốt hóa còn là dấu vết của sự hòa tan các pha thứ hai khác, có thể là các pha liên kim trong hợp kim, vì thường các pha liên kim trong hợp kim này là những pha dễ bị hòa tan trong dung dịch axit. Các khuyết tật này là nguyên nhân làm tăng độ xốp và giảm độ cứng tế vi của lớp màng anốt hóa. Ngoài ra, trên bề mặt còn thấy xuất hiện những vết nứt tế vi do sự phát triển không đồng đều của lớp màng anốt hóa liên quan đến sự có mặt của các pha thứ hai trong hợp kim. Những vết nứt tế vi này cũng có thể làm tăng sự tiếp xúc của Al_2O_3 và các pha thứ hai với dung dịch H_2SO_4 , dẫn đến tăng hiệu ứng hòa tan.



Hình 6. Ảnh SEM bề mặt lớp anot hóa và phân tích EDS

Từ ảnh tổ chức tế vi theo mặt cắt ngang của lớp anot hóa trình bày trong hình 2 và hình 3 cũng cho thấy rất rõ sự phân bố của các pha thứ hai trong lớp ôxít. Trong công nghệ anot hóa, lớp ôxít tạo thành 2/3 từ nền và 1/3 là mọc thêm. Do đó, sự phân bố các pha thứ 2 trong lớp anot hóa hoàn toàn do tổ chức ban đầu của hợp kim quyết định. Biên giới giữa lớp ôxít và lớp nền hợp kim và bề mặt ngoài của lớp anot hóa không phẳng. Nhận thấy rằng, tại vị trí có các pha thứ 2 chiều dày lớp ôxít luôn có xu hướng nhỏ hơn tại các vị trí chỉ có nền dung dịch rắn. Hình thái và sự phân bố trong tổ chức của các pha thứ hai, đặc biệt là Si, vì pha này có tỷ phần lớn và tồn tại dưới dạng tinh thể tự do, còn ảnh hưởng rất mạnh đến độ đồng đều về chiều dày của lớp màng anot hóa. Kết quả này đã được nhóm nghiên cứu trình bày trong một bài báo khoa học khác [18].

3.4. Khảo sát khả năng chống mài mòn của lớp anot hoá

Chịu mài mòn là một trong những tiêu chí đánh giá quan trọng về chất lượng của lớp anot hóa cứng. Kết quả xác định cường độ mài mòn bằng phương pháp Pin-on-disc trên các mẫu hợp kim A356.0 không anot hóa, mẫu A356.0 sau anot hóa (ở chế độ $J = 4A/dm^2$ trong 40 phút – chế độ cho độ cứng cao nhất) và mẫu thép OL100Cr1.5 sau xử lý nhiệt được đưa ra trong bảng 4. Kết quả thu được cho ta thấy rằng khả năng chống mài mòn của nhôm đã được tăng lên rõ rệt sau khi được anot hoá. Cường độ mài mòn của mẫu hợp kim sau anot tương đương với thép hợp kim dụng cụ. Ngoài ra, các mẫu thí nghiệm được thực hiện trong điều kiện mài mòn khô. Do lớp ôxít có cấu trúc dạng cột rỗng, chi tiết sau anot làm việc trong môi trường mài mòn ướt, các cột xốp này sẽ hấp thụ chất bôi trơn làm giảm ma sát bề mặt, khả năng chịu mài mòn của lớp anot có thể được cải thiện hơn.

Bảng 4. Kết quả thử mài mòn cho các vật liệu

Vật liệu	Độ cứng, HV	Cường độ mài mòn $10^{-9}g/N.mm$
A356.0	90 HV	6.12×10^{-8}
A356.0 sau anot	500 HV	2.88×10^{-8}
OL100Cr1.5 đã xử lý nhiệt	700 HV	2.80×10^{-8}

4. Kết luận

Bài báo là một nghiên cứu về sự ảnh hưởng của mật độ dòng, thời gian anot hóa đến tổ chức và tính chất của lớp anot hóa cứng được thực hiện trong dung dịch H_2SO_4 180g/l ở $(-6^\circ C) \div (-5^\circ C)$ cho hợp kim nhôm đúc A356.0. Sau đây là một số kết quả chính:

-Với nhiệt độ anot hóa thực hiện, giá trị mật độ dòng tới hạn trên hợp kim này là $6 J/dm^2$. Khi thực hiện anot hóa với giá trị mật độ dòng lớn hơn, chiều dày lớp anot hóa sẽ giảm đi. Việc kéo dài thời gian anot hóa (với mỗi giá trị mật độ dòng) sẽ làm tăng chiều dày lớp anot hóa. Tuy nhiên, thời gian anot quá dài (dài hơn 60 phút) sẽ làm giảm chiều dày.

-Việc tăng mật độ dòng hoặc kéo dài thời gian anot hóa trong giới hạn có thể làm tăng chiều dày nhưng làm giảm độ cứng của lớp anot hóa.

- Tính chất và tổ chức của lớp màng anốt hóa phụ thuộc mạnh vào tổ chức tế vi của hợp kim, đặc biệt là sự phân bố của các pha thứ hai. Sự phân bố của các pha thứ hai ảnh hưởng mạnh đến độ cứng và mật độ khuyết tật của lớp anốt hóa cũng như sự đồng đều về chiều dày của lớp anốt hóa.

- Tính chống mài mòn của lớp anốt hóa hình thành trong điều kiện thực nghiệm đã nêu tương đương với thép chịu mài mòn đã được xử lý nhiệt.

TÀI LIỆU THAM KHẢO/ REFERENCES

- [1] H. Pan, "Development and Application of Lightweight High-strength Metal Materials," *MATEC Web of Conferences*, vol. 207, p. 03010, 2018.
- [2] H. Mora-Sanchez *et al.*, "Hard Anodizing and Plasma Electrolytic Oxidation of an Additively Manufactured Al-Si alloy," *Surface and Coatings Technology*, vol. 420, p. 127339, 2021.
- [3] G. Scampone and G. Timelli, "Anodizing Al-Si Foundry Alloys: A Critical Review," *Advanced Engineering Materials*, p. 2101480, 2022, doi: [10.1002/adem.202101480](https://doi.org/10.1002/adem.202101480).
- [4] T. M. Ngo, T. T. V. Nguyen, H. T. T. Phung, B. T. Le, H. P. N. Thi, and D. D. La, "Nanostructured phases, mechanical properties, exfoliation and intergranular corrosion behaviours of 7075 Al-Zn-Mg-Cu alloy-Effect of one-stage and two-stage aging processes," *Advances in Natural Sciences: Nanoscience and Nanotechnology*, vol. 11, no. 4, p. 045002, 2020.
- [5] T. T. V. Nguyen and T. M. Ngo, "Improvement of corrosion resistance for aluminum alloy B95 by two-stage aging," *Science and Technology of Metals - Vietnam Foundry and Metallurgy science and technology Association*, vol. 89, p. 41, 2020.
- [6] J. M. T. Alvarez, *Hard anodic films for aluminium alloys*. The University of Manchester (United Kingdom), 2018.
- [7] N. Adyono, E. Surojo, and Triyono, "Hard anodizing of 6061-T0 aluminium alloy in sulfuric acid bath at low temperature and its micro-hardness properties," in *AIP Conference Proceedings*, 2019, vol. 2097, no. 1, p. 030023: AIP Publishing LLC.
- [8] N. Adyono and W. L. L. Endahwati, "Military Type III Anodizing: The Optimal Limit Within Hardening Process of Aluminium Alloy in a Near Zero Temperature," in *2nd Borobudur International Symposium on Science and Technology (BIS-STE 2020)*, 2021, pp. 148-153, Atlantis Press.
- [9] A. B. Basyigit and K. Halil, "Hard anodic oxidation of A356 aluminum alloy," *The International Journal of Materials Engineering Technology*, vol. 4, no. 1, pp. 44-50.
- [10] P. Kwolek, "Hard anodic coatings on aluminum alloys," *Advances in Manufacturing Science and Technology*, vol. 41, no. 3, p. 35, 2017.
- [11] L. Fratila-Apachitei, J. Duszczek, and L. Katgerman, "AlSi (Cu) anodic oxide layers formed in H₂SO₄ at low temperature using different current waveforms," *Surface and Coatings Technology*, vol. 165, no. 3, pp. 232-240, 2003.
- [12] D. Caliarì, G. Timelli, B. Zabala, and A. Igartua, "Microstructural and tribological investigations of diecast and hard anodized AlSiCu alloys," *Surface and Coatings Technology*, vol. 352, pp. 462-473, 2018.
- [13] M. A. Paez, O. Bustos, G. E. Thompson, P. Skeldon, K. Shimizu, and G. C. Wood, "Porous Anodic Film Formation on an Al-3.5 wt % Cu Alloy," *Journal of The Electrochemical Society*, vol. 147, no. 3, p. 1015, 2000.
- [14] B. Zhu and C. Zanella, "Hardness and corrosion behaviour of anodised Al-Si produced by rheocasting," *Materials and Design*, vol. 173, p. 107764, 2019.
- [15] J. Runge and L. Chesterfield, "The science of successfully anodizing die cast substrates," *Aluminium International Today*, vol. 22, no. 6, p. 25, 2010.
- [16] T. Ravichandran, S. Padmanabhan, S. Daniel, S. Kishore Kanna, A. Lenin, and A. P. Venkatesh, "Effect of silicon anodisation on aluminium piston," *Materials Today: Proceedings*, vol. 47, pp. 4786-4791, 2021.
- [17] R. I. Revilla, H. Terry, and I. De Graeve, "Role of Si in the Anodizing Behavior of Al-Si Alloys: Additive Manufactured and Cast Al-Si10-Mg," *Journal of The Electrochemical Society*, vol. 165, no. 9, pp. C532-C541, 2018.
- [18] T. T. V. Nguyen and H. T. T. Phung, "Anodizing on die-cast aluminum alloy A 356.0," *Science and Technology of Metals - Vietnam Foundry and Metallurgy science and technology Association*, vol. 66, p. 36, 2016.

-
- [19] G. Paternarakis and H. Karayannis, "The mechanism of growth of porous anodic Al_2O_3 films on aluminium at high film thicknesses," *Electrochimica acta*, vol. 40, no. 16, pp. 2647-2656, 1995.
- [20] G. Paternarakis and N. Papandreadis, "Study on the kinetics of growth of porous anodic Al_2O_3 films on Al metal," *Electrochimica acta*, vol. 38, no. 15, pp. 2351-2361, 1993.
- [21] G. Paternarakis and D. Tzouvelekis, "Development of a strict kinetic model for the growth of porous anodic Al_2O_3 films on aluminium," *Electrochimica acta*, vol. 39, no. 16, pp. 2419-2429, 1994.
- [22] G. Paternarakis, "Transport phenomena inside the pores involved in the kinetics and mechanism of growth of porous anodic Al_2O_3 films on aluminium," *Journal of Electroanalytical Chemistry*, vol. 404, no. 1, pp. 69-76, 1996.
- [23] L. Fratila-Apachitei, J. Duszczyk, and L. Katgerman, "Vickers microhardness of AlSi (Cu) anodic oxide layers formed in H_2SO_4 at low temperature," *Surface and Coatings Technology*, vol. 165, no. 3, pp. 309-315, 2003.