

## TẠO MÀNG PHỦ SILICA LAI VÔ CƠ - HỮU CƠ TRÊN NỀN HỢP KIM NHÔM

HÀ HỮU SƠN<sup>(1)</sup>, NGUYỄN VĂN VINH<sup>(1)</sup>, NGUYỄN THỊ YẾN<sup>(1)</sup>, NGUYỄN ĐỨC HÙNG<sup>(2)</sup>

### 1. ĐẶT VẤN ĐỀ

Trong những năm gần đây, lớp phủ bảo vệ kim loại dựa trên cơ sở vật liệu polime vô cơ hoặc vật liệu lai trên cơ sở nano silic đioxit được đặc biệt quan tâm [1]. Các lớp phủ này thể hiện nhiều tính chất ưu việt như: tính trang trí tốt, khả năng chống dính, chống ăn mòn, mài mòn cao, chống lão hóa tốt, thân thiện với môi trường [1, 2, 5]. Các nghiên cứu cũng chỉ ra rằng, phương pháp sol-gel là một trong những lựa chọn thích hợp nhất để tạo ra dung dịch sol nguyên liệu tạo lớp phủ silica nhờ các ưu điểm như: Tạo ra hạt sol là hệ oxit đa thành phần một cách linh hoạt, khá phù hợp để đưa các phụ gia vào lớp phủ, do vậy dễ dàng biến tính lớp phủ và tạo ra lớp phủ có khả năng bám dính tốt, bền hóa học [2]. Các alkoxysilanes, bao gồm tetraoxysilicate ( $\text{Si(OR)}_4$ ) và silicat biến tính hữu cơ (Ormosils,  $\text{R}'_n \text{Si(OR)}_{4-n}$  hoặc  $(\text{RO})_3\text{Si R}'\text{Si(OR)}_3$ ) được sử dụng nhiều nhất để chuẩn bị vật liệu lai bằng cách xử lý sol-gel.

Có thể tạo lớp phủ sol-gel cho kim loại thông qua các kỹ thuật phủ khác nhau (như: Phủ nhúng, phủ quay, phủ quét, lăn...). Trong các phương pháp trên, phương pháp phủ nhúng được sử dụng phổ biến nhất vì dễ thực hiện, thiết bị đơn giản, chi phí thấp. Những công bố gần đây cho thấy, phương pháp điện di lắng đọng (phương pháp EPD) cải thiện được khả năng bảo vệ của màng phủ do tạo ra lớp phủ đồng đều và đặc sít hơn, và có thể là phương pháp chủ yếu trong tương lai [3, 4]. Nghiên cứu này khảo sát tạo màng phủ sol silica lên nền hợp kim nhôm bằng phương pháp nhúng và phương pháp EPD, đánh giá khả năng bảo vệ chống ăn mòn của màng phủ, qua đó, đánh giá ảnh hưởng của phương pháp tạo màng đến chất lượng màng phủ.

### 2. THỰC NGHIỆM

#### 2.1. Chuẩn bị dung dịch sol

Dung dịch sol silica lai vô cơ - hữu cơ dùng trong nghiên cứu này được chế tạo theo phương pháp của Jonschlier sử dụng xúc tác NaOH [5]. Hỗn hợp tetraethoxysilane (TEOS) và methyltriethoxysilane (MTES) được trộn với NaOH với tỷ lệ mol (TEOS+MTES) : NaOH = 12,3 : 0,2. Hỗn hợp này được khuấy mạnh cho đến khi NaOH tan hết. Để tránh gel hóa sớm, chất phản ứng được pha loãng ngay từ đầu bằng  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$  với tỷ lệ thể tích  $V_{\text{sol}} : V_{\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}} = 1 : 4$ . Khuấy mạnh cho phản ứng xảy ra trong 12 giờ. Sau đó các phụ gia xử lý nhiệt TEB, SE, TEP được bổ sung vào bình phản ứng với tỷ lệ mol (TEOS+MTES):TEB:SE:TEP = 16:2:1:1. Cuối cùng thêm từ từ  $\text{H}_2\text{O}$  vào hỗn hợp. Tỷ lệ mol (TEOS + MTES) :  $\text{H}_2\text{O}$  là 1,4 : 1. Sau đó phản ứng tiếp 30 phút để nhiệt độ bình phản ứng nguội đến nhiệt độ môi trường. Tiến hành lọc dung dịch sol qua giấy lọc có kích thước lỗ 0,7  $\mu\text{m}$ . Dung dịch sol thu được được pha loãng bằng  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$  với tỷ lệ 1 : 1 theo thể tích để sol được ổn định hơn. Dung dịch sol được bảo quản trong ngăn đá tủ lạnh (0 - 4°C). Ta được dung dịch sol đặc C1, tiếp tục pha loãng dung dịch C1 bằng  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$  với các tỷ lệ 1 : 1 và 1 : 2 theo thể tích ta thu được các dung dịch sol C2 và C3 tương ứng.

## 2.2. Tạo lớp phủ

- *Phương pháp điện di lắng đọng*: Mẫu nền hợp kim nhôm được nối với cực dương của nguồn một chiều (điện cực làm việc) nhằm lắng đọng các hạt sol tích điện âm và được đặt cách điện cực đối là graphite ở khoảng cách 2 cm.

- *Phương pháp nhúng*: Mẫu được nhúng ngập trong dung dịch phủ sau đó được kéo lên với tốc độ không đổi.

## 2.3. Khảo sát các đặc tính của lớp phủ

Đặc tính của lớp phủ được khảo sát bằng các phương pháp sau:

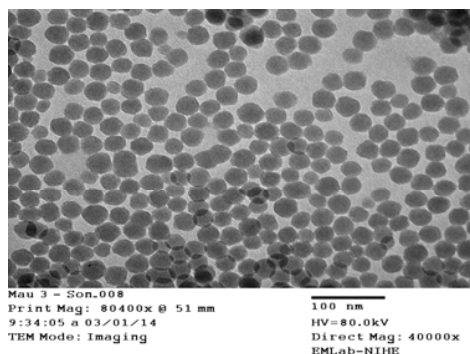
- *Phân tích FTIR*: Tiến hành phân tích FTIR nhằm xác định các liên kết chính trong màng phủ. Quang phổ FTIR của mẫu bột được khảo sát trong khoảng số sóng  $400 - 2000 \text{ cm}^{-1}$  theo phương pháp đĩa chuẩn KBr.

- *Phân tích nhiệt*: Mẫu được phân tích TG và DSC từ nhiệt độ phòng đến  $900^\circ\text{C}$ .

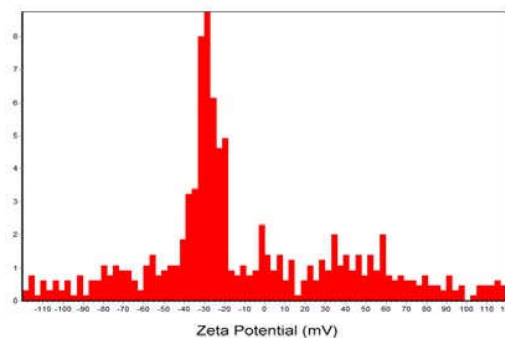
- *Đo đường cong phân cực E-I*: Khảo sát đường cong phân cực được thực hiện trên thiết bị Autolab PGSTAT30 và trong dung dịch NaCl 3,5%. Điện cực so sánh là điện cực bạc và điện cực đối là thép không gỉ. Khoảng quét thế từ -0,5 V đến -1 V. Tốc độ quét 5 mV/s.

## 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

### 3.1. Các đặc tính của dung dịch sol silica



Hình 1. Hình ảnh hạt sol silica



Hình 2. Biểu đồ đo thế zeta của dung dịch sol silica

Các tính chất của dung dịch sol nanosilica được thể hiện trong bảng sau:

Bảng 1. Một số tính chất cơ bản của dung dịch sol và hạt sol silica lai

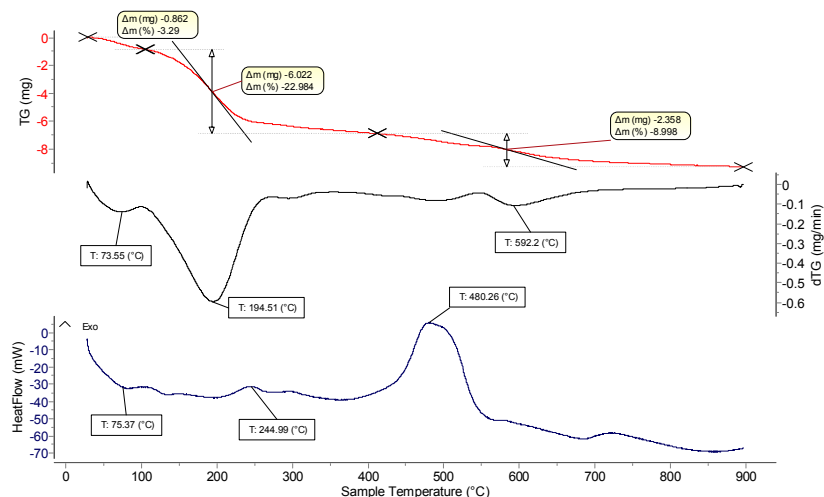
| Dung dịch sol  | pH   | Độ dẫn ( $\mu\text{S}$ ) | Kích thước hạt (nm) | Thế Zeta (mV) |
|----------------|------|--------------------------|---------------------|---------------|
| C <sub>1</sub> | 10,8 | 261                      | 30 - 40             | -43.40        |
| C <sub>2</sub> | 9,7  | 230                      |                     |               |
| C <sub>3</sub> | 9,2  | 182                      |                     |               |

Dung dịch sol silica với các đặc tính trên cho thấy hệ sol tạo ra khá bền và phù hợp cho ứng dụng EPD.

### 3.2. Đặc tính của lớp vật chất màng phủ

#### 3.2.1. Kết quả phân tích nhiệt

Phổ đồ TG, DTG và DSC của mẫu lớp phủ silica lai được quét từ 30°C đến 900°C được đưa ra trên hình 3.

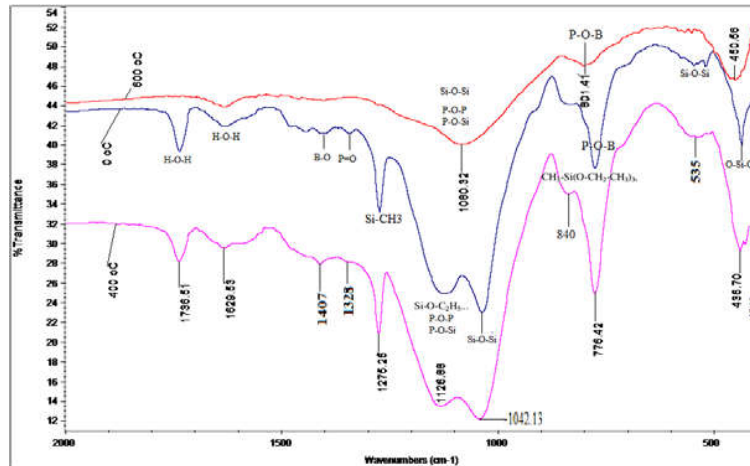


**Hình 3.** Phổ TG, DTG và DSC của màng phủ silica lai

Phổ đồ TG, DTG của lớp phủ cho thấy 3 giai đoạn mất khối lượng. Giai đoạn đầu tiên quan sát được là trong khoảng nhiệt độ từ 30°C đến 110°C với pic DTG tại 73,55°C. Giai đoạn này là quá trình giải hấp thụ của nước và dung môi ( $C_2H_5OH$ ) ra khỏi thành phần màng phủ. Độ hao hụt khối lượng trong giai đoạn này được tính toán là 3,29%. Trong giai đoạn thứ hai từ khoảng 110°C đến 410°C cho thấy rằng độ hao hụt khối lượng xảy ra lớn, giảm 22,98%. Đây là giai đoạn phản ứng loại nước và rượu từ các hạt sol và đóng mạch liên kết. Trên mặt biên ngoài của các hạt sol lai vẫn có những nhóm  $C_2H_5O-$  và nhóm hydroxyl liên kết với nguyên tử Si. Khi tiến hành xử lý nhiệt các nhóm  $C_2H_5O-$  và nhóm hydroxyl của các hạt sol gần sát nhau sẽ phản ứng tạo ra  $C_2H_5OH$  và  $H_2O$  và đóng mạng liên kết. Phản ứng này tỏa nhiệt. Lượng vật chất  $C_2H_5OH$  và  $H_2O$  sau khi được tạo thành sẽ hóa hơi và bốc bay khỏi lớp màng phủ. Giai đoạn thứ ba xảy ra trong khoảng nhiệt độ lớn hơn 410°C, độ mất khối lượng là 8,99%. Trên phổ đồ DSC cho thấy một pic tỏa nhiệt lớn ở 480,26°C. Đây là giai đoạn các gốc hữu cơ ( $CH_3-$ ) trong lớp phủ bị phân hủy nhiệt. Phản ứng phân hủy các gốc hữu cơ xảy ra tỏa nhiệt lớn, thể hiện qua pic tỏa nhiệt ở 480°C. Qua phổ đồ DSC cho thấy các nhóm hữu cơ có thể bắt đầu phân hủy ở nhiệt độ 410°C đến gần 700°C thì gần như phân hủy hoàn toàn. Độ dốc của đường TG ở khoảng nhiệt độ lớn hơn 700°C khá thấp, nghĩa là độ hao hụt khối lượng ở khoảng nhiệt độ này là tương đối nhỏ. Như vậy, nhiệt độ xử lý nhiệt quá cao sẽ làm mất các nhóm hữu cơ trong thành phần lớp phủ. Do vậy, chúng ta chỉ nên chọn nhiệt độ xử lý nhiệt ở 400°C là hợp lý đối với thành phần lớp phủ này.

### 3.2.2. Kết quả phân tích FTIR

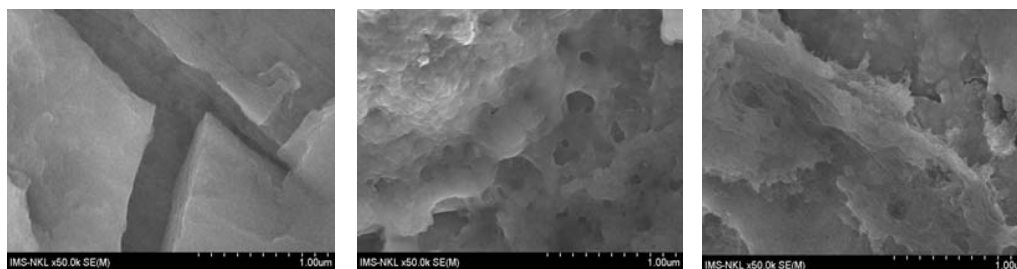
Để xác định các cầu liên kết chính của lớp phủ ta tiến hành phân tích FTIR mẫu lớp phủ tươi chưa xử lý nhiệt và lớp phủ xử lý nhiệt ở nhiệt độ 400°C và 600°C trong 30 phút (hình 4).



Hình 4. Phổ FTIR của màng phủ silica lai

Các đỉnh pic thể hiện trên phổ đồ đặc trưng cho dao động của các liên kết của các cấu tử chủ yếu trong thành phần màng phủ. Giá trị khoảng số sóng đặc trưng cho các liên kết được tham khảo theo tài liệu đã được công bố trước đó [6 - 8]. Điều này tương đồng với kết quả phân tích DSC đã chỉ ra trước đó. Nhóm liên kết mạnh nhất được quan sát ở khoảng số sóng từ 1040 đến 1100  $\text{cm}^{-1}$ , đặc trưng cho nhóm liên kết mạnh nhất trong hợp chất trong màng phủ là nhóm siloxane Si-O và Si-O-Si. Nhưng trong nghiên cứu [6] cũng cho rằng dao động kết hợp của các liên kết P-O-P và P-O-Si có trong các phụ gia xử lý nhiệt TEB, SE, TEP cũng có pic hấp thụ tại khoảng số sóng 1100  $\text{cm}^{-1}$ . Như vậy, có thể tại khoảng số sóng này các pic trùng nhau, che khuất nhau hoặc cộng hưởng nhau tạo nên một pic có cường độ rất lớn. Dao động biến dạng của liên kết O-Si-O cũng xuất hiện tại khoảng số sóng từ 469 đến 535  $\text{cm}^{-1}$ . Một pic xuất hiện tại khoảng số sóng 1276  $\text{cm}^{-1}$  đặc trưng cho dao động cộng hóa trị Si-CH<sub>3</sub>. Cũng theo [6], Pic khá rõ ràng tại số sóng 1407  $\text{cm}^{-1}$  biểu diễn sự kéo căng của liên kết B-O và một pic tại số sóng 1328  $\text{cm}^{-1}$  đặc trưng cho dao động của liên kết P=O. Các pic có cường độ mạnh tại 1629 và 1736  $\text{cm}^{-1}$  tương ứng với dao động biến dạng của H-O-H cho biết sự hiện diện của các nước còn lại trong mẫu -KBr hoặc đặc trưng cho liên kết hóa trị O-H của ethanol [7]. Pic tại dải số sóng 776 và 840  $\text{cm}^{-1}$  đặc trưng cho nhóm liên kết trong -Si-O-CH<sub>2</sub>-CH<sub>3</sub> [8]. Nhưng phổ đồ FTIR của mẫu qua xử lý nhiệt ở 600°C đã có những khác biệt so với mẫu không nung và mẫu xử lý ở 400°C. Các pic đặc trưng cho các nhóm liên kết O-H, Si-CH<sub>3</sub>, Si-O-CH<sub>2</sub>-CH<sub>3</sub> đã gần như biến mất trên phổ đồ. Kết quả này được giải thích khi xử lý nhiệt ở nhiệt độ 600°C các phần hữu cơ trong màng phủ đã bị phân hủy gần như hoàn toàn. Thành phần lớp phủ gần như vô cơ. Kết quả này cũng tương ứng với phân tích DSC. Như vậy, nhiệt độ xử lý nhiệt thích hợp là 400°C để tạo được lớp phủ lai vô cơ - hữu cơ từ dung dịch sol-gel.

### 3.2.3. Đặc tính bề mặt của lớp phủ



a) Mẫu không xử lý nhiệt

(b) Mẫu xử lý nhiệt ở 400°C trong 30 phút

c) Mẫu xử lý nhiệt ở 600°C trong 30 phút

**Hình 5.** Trạng thái bề mặt lớp phủ

Hình ảnh SEM của các mẫu không được xử lý nhiệt và xử lý nhiệt ở 400°C và 600°C được thể hiện trên hình 5. Trên bề mặt mẫu không xử lý nhiệt tồn tại những khe nứt khá lớn rộng khoảng 200 đến 300 nm. Bề mặt mẫu xử lý nhiệt có sự đồng đều, đặc biệt đối với màng phủ xử lý nhiệt ở 400°C. Ở nhiệt độ xử lý nhiệt 600°C trên bề mặt xuất hiện những khe trống kéo dài giống như các vết nứt. Kết quả này là do khi xử lý nhiệt ở 600°C thành phần lớp phủ thu được chỉ thuần túy vô cơ, rất dễ gây ra ứng suất dư và tạo ra các vết rạn nứt trên bề mặt màng phủ.

### 3.3. Đặc tính chống ăn mòn của lớp phủ nhúng

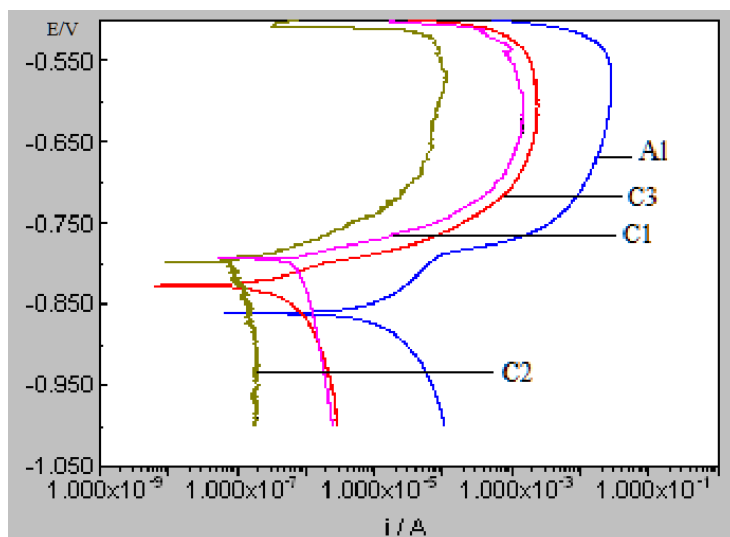
Việc khảo sát quá trình tạo màng phủ phụ thuộc vào số lần nhúng mẫu được tiến hành với dung dịch đặc C1, còn sự phụ thuộc của quá trình tạo màng phủ vào nồng độ sol được tiến hành với dung dịch C1 và C3 (với 1 lần nhúng phủ). Tiến hành khảo sát đường phân cực Tafel của các lớp phủ được thực hiện bằng phương pháp nhúng (bảng 2 và bảng 3).

| <b>Bảng 2.</b> Kết quả đo đường phân cực Tafel của màng phủ nhúng phụ thuộc vào số lần nhúng |                                                      |                             | <b>Bảng 3.</b> Kết quả đo đường phân cực Tafel của màng phủ nhúng phụ thuộc vào nồng độ dung dịch sol |                                                      |                             |
|----------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------|-----------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------|-----------------------------|
| <b>Mẫu nhúng</b>                                                                             | <b><math>I_{\text{âm}}</math> (A/cm<sup>2</sup>)</b> | <b><math>R_p</math> (Ω)</b> | <b>Nồng độ dung dịch sol silica</b>                                                                   | <b><math>I_{\text{âm}}</math> (A/cm<sup>2</sup>)</b> | <b><math>R_p</math> (Ω)</b> |
| Mẫu nền                                                                                      | 6.798E-6                                             | 5.211E+1                    | Mẫu nền                                                                                               | 6.798E-6                                             | 5.211E+1                    |
| Nhúng 1 lần                                                                                  | 6.109E-7                                             | 1.952E+2                    | Dung dịch C1                                                                                          | 6.109E-7                                             | 1.952E+2                    |
| Nhúng 2 lần                                                                                  | 1.871E-7                                             | 1.852E+3                    | Dung dịch C3                                                                                          | 2.33E-6                                              | 1.497E+2                    |
| Nhúng 3 lần                                                                                  | 4.896E-7                                             | 8.828E+2                    |                                                                                                       |                                                      |                             |

Kết quả tính toán dòng ăn mòn bằng phương pháp ngoại suy đường cong phân cực Tafel cho thấy lớp phủ với 1 lần nhúng, 2 lần nhúng, 3 lần nhúng có dòng ăn mòn nhỏ hơn so với dòng ăn mòn của mẫu nền tương ứng là 11, 36 và 13 lần. Như vậy, khi tăng số lần nhúng nhiều lần thì khả năng bảo vệ của màng phủ nhúng cũng không được cải thiện. Dù cho khi tăng số lần nhúng có thể làm tăng lượng vật chất lớp phủ theo như công bố [9]. Kết quả này là tương đồng với kết quả thử nghiệm tạo màng silica vô cơ được công bố trong [10]. Nguyên nhân là do khi nhúng nhiều lần lớp phủ có thể dày hơn nhưng lại dễ bị gãy nứt khi khô, tạo ra các phân lớp trong nội tại lớp phủ. Với dung dịch sol loãng, việc tạo lớp phủ bằng phương pháp nhúng là không khả thi vì dòng ăn mòn của màng phủ này đo chỉ kém dòng ăn mòn của mẫu nền nhôm có gần 3 lần. Đề tài cũng thử nghiệm tạo màng phủ bằng phương pháp nhúng với dung dịch sol có nồng độ đặc hơn C1 thì màng phủ có hiện tượng rạn nứt mạnh khi để khô. Hiện tượng đó có thể quan sát bằng mắt thường.

### 3.4. Đặc tính chống ăn mòn của lớp phủ EPD

Hình 6 biểu diễn đường cong phân cực của mẫu nền và các màng phủ EPD tại điều kiện  $I = 0,5 \text{ mA/cm}^2$  trong thời gian 10 phút. Trong tất cả các nồng độ dung dịch được khảo sát, màng phủ EPD đều cho thấy khả năng bảo vệ tốt so với nền nhôm không được phủ và các màng phủ nhúng. Kết quả khảo sát cho thấy dung dịch loãng hơn (dung dịch C2 và C3) cho các màng phủ EPD có khả năng bảo vệ tốt hơn dung dịch sol đặc C1. Điều này hoàn toàn ngược lại với tạo lớp phủ bằng phương pháp nhúng. Hay nói các khác dung dịch sol đặc không phù hợp với phương pháp tạo màng bằng EPD.



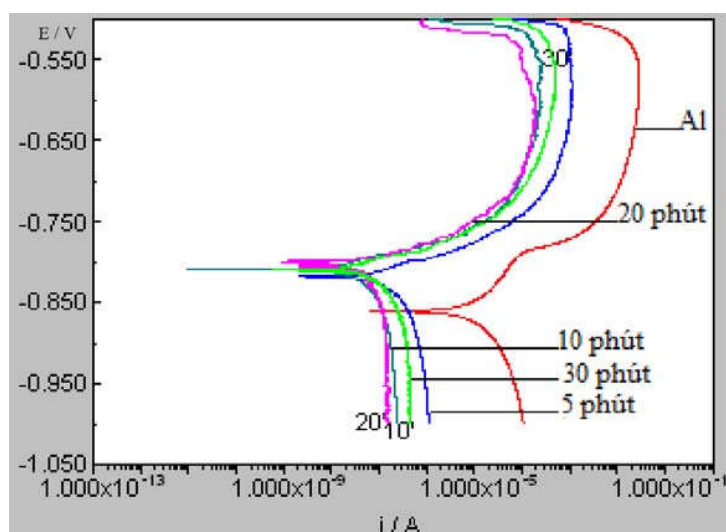
**Hình 6.** Đường cong phân cực Tafel của các màng phủ EPD tại  $i = 0,5 \text{ mA/cm}^2$ , thời gian 10 phút với nồng độ sol khác nhau

Các mẫu hợp kim nhôm được phủ màng trong dung dịch C2, C3 bằng phương pháp EPD ở mật độ dòng áp đặt thay đổi từ 0,5 mA/cm<sup>2</sup>, 1 mA/cm<sup>2</sup> và 2 mA/cm<sup>2</sup> trong thời gian 10 phút. Kết quả đo phân cực Tafel cho phép tính toán dòng ăn mòn và điện trở phân cực của các mẫu hợp kim nhôm phủ màng bằng EPD được thể hiện trong bảng 4.

**Bảng 4.** Kết quả đo dòng ăn mòn của các màng phủ EPD của dung dịch C2, C3 tại các mật độ dòng EPD khác nhau với thời gian 10 phút

| Điều kiện tạo màng EPD                  | Dung dịch C2                         |                    | Dung dịch C3                         |                    |
|-----------------------------------------|--------------------------------------|--------------------|--------------------------------------|--------------------|
|                                         | I <sub>âm</sub> (A/cm <sup>2</sup> ) | R <sub>p</sub> (Ω) | I <sub>âm</sub> (A/cm <sup>2</sup> ) | R <sub>p</sub> (Ω) |
| Mẫu nền                                 | 6.798E-6                             | 5.211E+1           | 6.798E-6                             | 5.211E+1           |
| I <sub>1</sub> = 0,5 mA/cm <sup>2</sup> | 3.946E-8                             | 2.194E+4           | 8.129E-8                             | 2.689E+3           |
| I <sub>2</sub> = 1 mA/cm <sup>2</sup>   | 2.814E-8                             | 4.799E+3           | 4.295E-8                             | 1.792E+4           |
| I <sub>3</sub> = 2 mA/cm <sup>2</sup>   | 3.194E-8                             | 7.492E+3           | 2.719E-8                             | 1.66E+4            |

Cả hai trường hợp đều cho kết quả tương đồng: khi tăng giá trị mật độ dòng EPD sẽ tạo ra màng phủ có khả năng bảo vệ tốt hơn, thể hiện ở giá trị dòng ăn mòn giảm dần. Nhưng khi tăng mật độ dòng đến giá trị mật độ dòng cao thì khả năng chống ăn mòn của màng phủ không còn giữ xu hướng tăng theo sự tăng của giá trị mật độ dòng EPD. Có thể khi tăng đến mật độ dòng cao (ở trường hợp mật độ dòng bằng 2 mA/cm<sup>2</sup> đối với dung dịch C2) tốc độ khuếch tán cao hơn tốc độ trao đổi điện, dẫn đến mật độ hạt sol tại các điểm gần điện cực cao. Theo lý thuyết keo tụ của dung dịch sol thì khi mật độ hạt sol quá cao sẽ dẫn đến sự keo tụ hạt tạo thành các hạt có kích thước lớn và lắng đọng trọng lượng trước khi bám được lên nền nhôm cần được phủ. Công bố [11] cũng đã khẳng định nhận định trên. So sánh giữa hai kết quả thí nghiệm ta thấy rằng đối với mỗi nồng độ dung dịch thì có một giá trị dòng EPD nhất định. Dung dịch sol càng loãng thì giá trị mật độ dòng EPD tối ưu càng phải cao. Tuy nhiên, một vấn đề gặp phải trong quá trình điện hóa nói chung và quá trình EPD nói riêng là khi mật độ dòng quá cao thì sẽ làm tăng phản ứng phụ là phân hủy nước sinh ra oxi ở điện cực làm việc, đặc biệt là với dung dịch quá loãng:  $4\text{OH}^- = 2\text{H}_2\text{O} + \text{O}_2 + 4\text{e}$  (ở điều kiện pH > 7). Điều này làm tốc độ keo tụ của sol bị cản trở, tạo ra lớp phủ có nhiều lỗ xốp vì mô.



**Hình 7.** Đường cong phân cực Tafel của màng phủ EPD tại  $i = 1 \text{ mA/cm}^2$  của dung dịch C2 với các thời gian tạo màng khác nhau

Hình 7 là kết quả đo đường cong phân cực của các mẫu hợp kim nhôm phủ màng bằng EPD ở  $i = 1 \text{ mA/cm}^2$  trong dung dịch C2 với các thời gian tạo màng khác nhau. Mẫu phủ với thời gian 5 phút có giá trị dòng ăn mòn ít hơn 77 lần so với mẫu trắng; với thời gian EPD là 10 phút, 20 phút và 30 phút thì dòng ăn mòn đo được giảm xuống tương ứng là 241 lần, 713 lần và 367 lần. Như vậy, ta thấy rằng thời gian EPD hiệu quả nhất là khoảng 20 phút. Việc kéo dài thời gian EPD cũng không cải thiện được khả năng chống ăn mòn của lớp phủ, thậm chí còn có xu hướng làm giảm chất lượng màng phủ.

#### 4. KẾT LUẬN

1. Đã chế tạo được lớp phủ poly siloxane lai hữu cơ trên nền hợp kim nhôm bằng cả phương pháp nhúng và phương pháp EPD ở các điều kiện khác nhau, trong đó chỉ nên xử lý nhiệt ở dưới  $400^\circ\text{C}$  để bảo toàn các liên kết giữa mạng lưới siloxane và các nhóm hữu cơ. Lớp phủ EPD có khả năng chống ăn mòn vượt trội so với lớp phủ nhúng.

2. Trong phương pháp EPD, mỗi nồng độ dung dịch sol sẽ có một mật độ dòng và thời gian tạo màng chống ăn mòn tối ưu; Dung dịch sol càng loãng thì giá trị mật độ dòng tối ưu càng phải cao và thời gian EPD kéo dài.

3. Đối với tạo màng bằng phương pháp EPD, trong dung dịch sol :  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$  với tỷ lệ 1 : 2 theo thể tích, mật độ dòng  $i = 1 \text{ mA/cm}^2$  và thời gian khoảng 20 phút tạo ra màng phủ có khả năng chống ăn mòn tốt nhất, có mật độ dòng ăn mòn giảm khoảng 700 lần so với kim loại không có lớp phủ.

## TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. Duhua Wang, Gordon. P. Bierwagen, *Sol-gel coatings on metals for corrosion protection*, Progress in Organic Coatings, 2009, 64, p.327-338.
2. Joshua Du Y., Matt Damron, Grace Tang, Haixing Zheng, Chu C. J., Joseph H. Osborne, *Inorganic organic hybrid coatings for aircraft aluminum alloy substrates*, Progress in Organic Coatings, 2001, 41, p.226-232.
3. Castro Y., Ferrari B., Moreno R., Duran A., *Silica sol-gel coatings on metals produced by EPD*, J. Sol-Gel Sci. Technol., 2003, 26, p.735.
4. Veeraraghavan B., Haran B., Slavkov D., Prabhu S., Popov B. and Heimann B., *Development of a novel electrochemical method to deposit high corrosion resistant silicate layers on metal substrates*, Electrochem. Solid-State Lett., 2003, 6, B4-B8.
5. Martin Mennig, Gerhard Jonschker, Helmut Schmidt, *Method for providing a metal surface with a vitreous layer*, US 2000, 6, p.162-498.
6. Wolfram Fuerbeth, Michael Schuetze, *Novel corrosion protective coatings based on nanomaterials*, DECHEMA e.V., Karl-Winnacker-Institut, Theodor-Heuss-Allee 25, D-60486 Frankfurt am Main, Germany.
7. Gungor A., Demirtas H., Atilgan I. and Yasar M., *Synthesis and characterization of SiO<sub>2</sub> films coated on stainless steel by sol-gel method*, International Iron & Steel Symposium, 02-04 April 2012, Karabük, Türkiye.
8. Trần Hồng Nhung, Lê Kim Long, Lâm Ngọc Thiềm, *Các phương pháp quang phổ ứng dụng trong theo dõi điều chế và đánh giá chất lượng vật liệu quang học lai vô cơ- hữu cơ (Ormosil)*, Tạp chí Khoa học Tự nhiên và Công nghệ, ĐHQGHN, 2007, 23, tr.188-193.
9. Hà Hữu Sơn, Nguyễn Đức Hùng, Doãn Anh Tú, *Nghiên cứu khả năng tạo lớp phủ bằng phương pháp điện di dung dịch sol-gel cho hợp kim nhôm*, Tạp chí nghiên cứu KH&CN quân sự, số 24, 4-2013, tr.126-132.
10. Hà Hữu Sơn, Nguyễn Đức Hùng, *Nghiên cứu khả năng chống ăn mòn kim loại của màng phủ dạng gốm trên hợp kim nhôm*, Tạp chí khoa học và Công nghệ, 2013, 51(3A):23-29.
11. Castro Y. et al., *Corrosion behaviour of silica hybrid coatings produced from basic catalysed particulate sols by dipping and EPD*, Surface & Coatings Technology, 2005, 191, p.228-235.

## SUMMARY

### PREPARATION OF ORGANIC INORGANIC HYBRID SILICA FILMS ON ALUMINUM ALLOY BY DEPOSITION METHODS

In this work, the hybrid silica coatings on the aluminum alloy have been produced by two methods: dip-coating and electrophoretic deposition. The protective behavior against corrosion of the produced films was studied through polarization curves measurements in aggressive media (3,5% NaCl solution). The corrosion resistance of coatings produced by dipping is much lower than by electrophoretic deposition. The composition and morphology of coatings were also investigated at different heat treating temperatures. The results showed that the heat treatment of the ormosil coatings after electrophoretic deposition is necessary at the temperature not higher than 400°C.

*Từ khóa: Electrophoretic deposition, ORMOSIL coatings, aluminium alloys.*

*Nhận bài ngày 24 tháng 9 năm 2014*

*Hoàn thiện ngày 18 tháng 10 năm 2014*

<sup>(1)</sup> *Viện Độ bền nhiệt đới, Trung tâm Nhiệt đới Việt - Nga*

<sup>(2)</sup> *Viện Hóa học - Vật liệu, Viện Khoa học Công nghệ Quân sự*