

VIỆN HÀN LÂM KHOA HỌC VÀ CÔNG NGHỆ VIỆT NAM  
VIETNAM ACADEMY OF SCIENCE AND TECHNOLOGY

# TẠP CHÍ HÓA HỌC

VIETNAM JOURNAL OF CHEMISTRY

ISSN 0866-7144

**1** 55  

---

2017

MỤC LỤC  
TABLE OF CONTENTS

	<i>Trang</i>
1 Về thành hóa học từ dịch chiết etyl axetat của cây nhãn dê ( <i>Lepisanthes rubiginosa</i> ) thu hái tại Huyện Phú Lộc, tỉnh Thừa Thiên - Huế. Chemical constituents of ethyl acetate extract of <i>Lepisanthes rubiginosa</i> collected in Phu Loc district, Thua Thien - Hue province. <i>Phạm Thị Ninh, Trần Thị Phương Thảo, Trần Văn Lộc, Nguyễn Thị Dung, Đỗ Xuân Cẩm, Trần Văn Sung</i>	1
2 Nghiên cứu chế tạo vật liệu xúc tác dạng hydrotalcite 3 kim loại Mg-Al-Co. Study on preparation of hydrotalcite based catalyst containing Mg-Al-Co compositions. <i>Nguyễn Khánh Diệu Hồng, Nguyễn Văn Hùng, Nguyễn Trung Thành</i>	6
3 Nghiên cứu ảnh hưởng của nanosilica đến tính chất cơ học của màng polyme epoxy DER 671X75. Study on the effects of silica nanoparticles to mechanical properties of polymer coating film based on epoxy resin DER 671X75. <i>Huyền Lê Huy Cường, Trần Vĩnh Diệu, Nguyễn Đắc Thành, Đoàn Thị Yến Oanh</i>	12
4 Nghiên cứu một số hợp chất thứ cấp từ chủng xạ khuẩn <i>Streptomyces</i> sp. (G065). Secondary metabolites from marine bacterium <i>Streptomyces</i> sp. (G065). <i>Cao Đức Danh, Vũ Văn Nam, Đoàn Thị Mai Hương, Vũ Thị Quyên, Lê Thị Hồng Minh, Brian T. Murphy, Trần Đăng Thạch, Châu Văn Minh, Phạm Văn Cường</i>	19
5 Ảnh hưởng đồng thời của cacbon hữu cơ hòa tan, chất hoạt động bề mặt và natri oxalat đến sự giải hấp thuốc trừ sâu. Simultaneous effect of dissolve organic carbon, surfactant and sodium oxalate to pesticides desorption. <i>Trịnh Thu Hà, Bjarne W. Strowble, Nguyễn Quang Trung, Lê Trường Giang</i>	24
6 Nghiên cứu chế tạo vật liệu có độ bền nhiệt, bền cơ lý cao và hàm tro thấp từ cao su nitril. Investigation on the high thermal stability, high mechanical strength and low ash content material from nitril rubber. <i>Chu Chiển Hữu</i>	31
7 Tối ưu hóa phản ứng thủy phân mật bò cho quy trình tách axit cholic bằng phương pháp bề mặt đáp ứng. Optimization of the cow bile hydrolysis for isolation of cholic acid using response surface method. <i>Trần Bội An, Phan Minh Vương, Phạm Cao Thanh Tùng, Phan Thanh Thảo</i>	38
8 Nghiên cứu khả năng chống ăn mòn mài mòn của lớp phủ hợp kim NiCr20 được thấm thấu với photphat nhôm trong môi trường axit.	43

Study on the corrosive wear resistance of NiCr20 alloy coating impregnated by aluminum phosphate in acidic media.

*Nguyễn Văn Tuấn, Phạm Thị Hà, Phạm Thị Lý, Võ An Quân, Đinh Thị Mai Thanh, Lê Thu Quý, Phạm Đức Roãn*

- 9 Thành phần hóa học của cây Ngọc cầu (*Balanophora laxiflora* Hemsl.) thu tại Tuyên Quang 48  
Phần 1. Thành phần hóa học của các căn chiết ít phân cực.

Chemical constituents of *Balanophora laxiflora* Hemsl. collected in Tuyen Quang.

Part 1. Chemical constituents of the lesspolar extracts.

*Trần Đức Đại, Nguyễn Quyết Tiến, Nguyễn Ngọc Tuấn, Nguyễn Quảng An, Trương Thị Thanh Nga, Trịnh Thị Thủy, Nguyễn Thị Tuyết, Đặng Ngọc Quang*

- 10 Khảo sát sự biến đổi hàm lượng hypoxanthine và histamine trong tôm sú bảo quản ở 0°C. 52

Survey on hypoxanthine and histamine concentrations in black tiger shrimp (*Penaeus monodon*) stored at 0°C.

*Lê Nhất Tâm, Đoàn Như Khuê, Trần Thị Văn Thi*

- 11 Nghiên cứu lí thuyết cơ chế và động học của phản ứng giữa gốc propargyl (C<sub>3</sub>H<sub>3</sub>) với nguyên tử hydro (H) bằng phương pháp phiếm hàm mật độ. 58

Theoretical study on the reaction mechanism and kinetics between propargyl radical and hydrogen atom by means of density functional theory.

*Phạm Văn Tiến*

- 12 Nghiên cứu chế tạo, cấu trúc và tính chất của vật liệu cao su nanocompozit trên cơ sở cao su thiên nhiên, cao su chloropren gia cường nanoclay. 66

Study on preparation, structure and properties of rubber nanocomposites based on natural rubber (NR)/chloroprene rubber (CR) blends reinforced with nanoclay.

*Lương Như Hải, Phạm Công Nguyên, Ngô Trịnh Tùng, Lưu Đức Hùng, Đỗ Quang Kháng*

- 13 Tổng hợp vật liệu F-TiO<sub>2</sub>/Bent và đánh giá hoạt tính quang xúc tác trong vùng ánh sáng khả kiến. 71

Synthesis of F-TiO<sub>2</sub>/Bent material and evaluation of photocatalytic activity under visible light.

*Nguyễn Thị Diệu Cẩm*

- 14 Tổng hợp một số dẫn xuất exahydropyrazin-[1,2b]-isoquinolin. 76

Synthesis of derivatives of hexahydropyrazine-[1,2,b]-isoquinoline.

*Vũ Đức Cường, Phạm Thế Chính, Đặng Thị Tuyết Anh, Phạm Thị Thắm, Quách Thị Thanh Vân, Nguyễn Văn Tuyền*

- 15 Nghiên cứu tổng hợp vật liệu polysunfat sắt, ứng dụng cho quá trình keo tụ. 81

Synthesis of polyferric sulphate (PFS) using for the coagulation.

*Quản Thị Thu Trang, Lê Hà Giang, Phạm Văn Lâm*

- 16 Chế tạo và khảo sát tính chất của vật liệu composit PVC/hỗn hợp than đen và tro bay biến tính. 86

Preparing and surveying properties of PVC composite reinforced by carbon black and modified fly ash.

*Nguyễn Duy Toàn, Trần Thị Thanh Vân, Đỗ Quang Thắm, Nguyễn Vũ Giang, Nguyễn Thuý Chính, Thái Hoàng*

## Nghiên cứu khả năng chống ăn mòn mài mòn của lớp phủ hợp kim NiCr20 được thấm thấu với photphat nhôm trong môi trường axit

Nguyễn Văn Tuấn<sup>1</sup>, Phạm Thị Hà<sup>1</sup>, Phạm Thị Lý<sup>1\*</sup>, Võ An Quân<sup>1</sup>,  
Đinh Thị Mai Thanh<sup>1</sup>, Lê Thu Quý<sup>2</sup>, Phạm Đức Roãn<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Viện Kỹ thuật nhiệt đới, Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam

<sup>2</sup>Phòng thí nghiệm trọng điểm Công nghệ Hàn và Xử lý bề mặt - Viện nghiên cứu cơ khí

<sup>3</sup>Trường Đại học Sư phạm Hà Nội

Đến Tòa soạn 18-12-2015; Chấp nhận đăng 6-02-2017

### Abstract

The corrosive wear resistance of NiCr20 alloy coating (NC) impregnated by aluminum phosphate and heat-treated at 600 °C (NA6) and 1000 °C (NA10) was investigated in acid H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pH = 2 containing SiO<sub>2</sub> 3 % by weight; the flow velocity is 4 m/s. The analysis of X-ray diffraction (XRD) showed that, the stable crystalline phases in acidic media such as AlPO<sub>4</sub> and Al(PO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> which were formed on NA6 coating's surface made corrosive wear resistance of NA6 coating increase in comparison with the resistance measured on NA10 and NC coating samples. The formation of unstable crystalline phases such as Al<sub>36</sub>P<sub>36</sub>O<sub>144</sub> and Ni<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> in NA10 coating caused the corrosive wear resistance of NA10 coating smaller than that one measured on NC coating. After 168 hours of corrosive wear test, the thickness of NA6 coating reduced to about 47 μm, while it was about 67 μm for NC coating.

**Keywords.** Thermal spray, aluminum phosphate sealant, acidic corrosion, corrosion wear.

### 1. MỞ ĐẦU

Hợp kim NiCr20 kết hợp được các tính chất của Cr và Ni có ưu điểm là có khả năng chịu nhiệt, chống ăn mòn, chịu mài mòn và độ bền khá cao trong nhiều môi trường hoá chất. Tuy nhiên, đây là một trong những loại hợp kim đắt tiền nên việc sử dụng chúng ở dạng lớp phủ là một hướng được ưu tiên lựa chọn.

Lớp phủ hợp kim NiCr chế tạo bằng phương pháp phun phủ hồ quang điện có độ xốp khá cao (>10%) sẽ ảnh hưởng đến khả năng bảo vệ chống ăn mòn của lớp phủ. Để nâng cao khả năng bảo vệ chống ăn mòn của lớp phủ này thì công đoạn xử lý làm giảm độ xốp của lớp phủ sau khi phun là cần thiết. Photphat nhôm được sử dụng để thấm thấu trên các lớp phun phủ nhiệt đã được nghiên cứu trong những năm gần đây [1-7]. Các nghiên cứu này chỉ tập trung vào việc sử dụng photphat nhôm trên lớp phủ chế tạo bằng các phương pháp phun phủ plasma và HVOF, chưa có nghiên cứu nào liên quan đến việc sử dụng photphat nhôm cho lớp phủ chế tạo bằng công nghệ phun phủ hồ quang điện. Lí do có thể là, so với HVOF và plasma, công nghệ phun phủ hồ quang hiện vẫn là công nghệ đơn giản, có tính cơ

động cao, năng suất cao, giá thành rẻ, đặc biệt là dễ dàng triển khai trong các ngành công nghiệp nhất là trong lĩnh vực tạo lớp phủ bảo vệ và chống ăn mòn. Các chi tiết được chế tạo từ vật liệu kim loại làm việc trong các môi trường có tính ăn mòn và chịu mài mòn có thể sử dụng kỹ thuật này để tạo các lớp phủ bảo vệ qua đó có thể nâng cao tuổi thọ làm việc cho các chi tiết trong các môi trường trên.

Bài báo này sẽ trình bày các kết quả nghiên cứu độ bền ăn mòn của lớp phủ hợp kim NiCr20 chế tạo bằng phương pháp phun phủ hồ quang điện được thấm thấu với photphat nhôm trong môi trường axit H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pH = 2 có chứa tác nhân mài mòn SiO<sub>2</sub>.

### 2. THỰC NGHIỆM

#### 2.1. Hóa chất

Các hóa chất chính sử dụng trong nghiên cứu gồm: axit photphoric H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> 85 %, hydroxit nhôm Al(OH)<sub>3</sub> dạng bột, axit sulfuric H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pH2; nước cất; tấm thép C45 và dây NiCr20 Φ2mm có thành phần: 79,39 % Ni, 18,16 % Cr, 0,9 % Si, 0,26 % Ti, 0,73 % Mn, 0,56 % Fe; hạt rắn SiO<sub>2</sub> (đường kính 0,3÷0,5 mm). Các hóa chất có nguồn gốc xuất xứ từ Đức.

## 2.2. Phương pháp chuẩn bị mẫu và môi trường thử nghiệm

Lớp phủ NiCr20 được chế tạo bằng phương pháp phun phủ nhiệt hồ quang điện. Dây NiCr20 với đường kính 2 mm được phun tạo lớp phủ trên nền thép C45 với chiều dày lớp phủ trong khoảng 800÷900  $\mu\text{m}$  bằng thiết bị OSU Hessler 300A.

Photphat nhôm được điều chế bằng cách cho axit photphoric 85 % kết hợp với hydroxit nhôm dạng bột với tỷ lệ mol P/Al = 2,3 tại nhiệt độ 110÷120 °C.

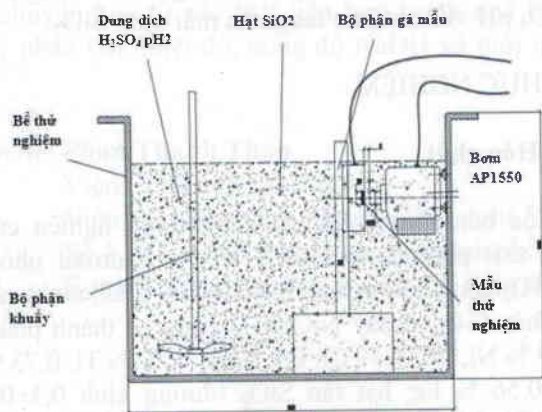
Sau khi điều chế, hỗn hợp photphat nhôm dạng dung dịch với độ nhớt đo bằng cốc đo BZ4 là 177,36 s; tỉ trọng 1,58 g/cm<sup>3</sup> [8] được quét lên trên bề mặt lớp phủ hợp kim NiCr20 và để ổn định sau 12h trước khi xử lý nhiệt. Lớp phủ hợp kim NiCr20 có photphat nhôm thẩm thấu được xử lý nhiệt tại nhiệt độ 600 và 1000 °C có kí hiệu lần lượt là NA6 và NA10. Lớp phủ NiCr20 không được thẩm thấu với photphat nhôm có kí hiệu là NC.

Mẫu nghiên cứu được thử nghiệm trong môi trường dung dịch H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pH = 2 có chứa hạt mài mòn SiO<sub>2</sub> với tốc độ dòng chảy của là 4 m/s. Đầu vòi phun (đường kính 10 mm) được đặt cố định cách bề mặt mẫu thử 5 mm, góc tác động là 90°. Mẫu thử được gắn lên bộ phận giá mẫu và có thể tháo lắp dễ dàng để thuận tiện cho quá trình đo điện hóa. Bộ phận khuấy được bố trí giúp phân tán hạt rắn SiO<sub>2</sub> đồng đều trong toàn bộ bề thử nghiệm. Hệ thử nghiệm được đặt trong điều kiện nhiệt độ phòng. Mô hình thử nghiệm ăn mòn mài mòn được thể hiện trong hình 1.

## 2.3. Phương pháp nghiên cứu

Các mẫu lớp phủ được thử nghiệm 168 giờ, đo chiều dày và đo điện hóa theo thời gian.

Chiều dày lớp phủ theo thời gian được thực hiện với đầu đo Mitutoyo DIGI-DERM 745 (Nhật Bản). Mỗi mẫu được đo chiều dày tại 5 điểm/lần đo, sau đó lấy giá trị trung bình.



Hình 1: Mô hình thử nghiệm ăn mòn mài mòn

Phép đo điện hóa thực hiện trên thiết bị AUTOLAB PGSTAT302N, sử dụng hệ 3 điện cực: điện cực so sánh calomen bão hòa, điện cực đối platin và điện cực làm việc là mẫu lớp phủ có diện tích bề mặt 1 cm<sup>2</sup>. Quét đường cong phân cực với điện thế thay đổi trong khoảng  $\pm 30$  mV quanh điện thế mạch hở, tốc độ quét 0,166 mV/s, bước nhảy thế 0,15 mV nhằm xác định điện trở phân cực R<sub>p</sub> bằng phương pháp tuyến tính theo tiêu chuẩn ASTM G3. Điện thế ăn mòn và mật độ dòng ăn mòn được xác định theo tiêu chuẩn ASTM G102. Phổ tổng trở được quét trong khoảng tần số 10<sup>4</sup>÷10<sup>-2</sup> Hz với 10 điểm/decade và biên độ dao động thế là 5 mV.

Cấu trúc mặt cắt ngang của các mẫu trước và sau khi ngâm trong dung dịch axit sulfuric được phân tích bằng kính hiển vi điện tử quét (SEM) trên thiết bị JEOL JMS-6490.

Thành phần pha tinh thể được xác định bằng phương pháp nhiễu xạ tia X (XRD) trên thiết bị phân tích Ronghen D5005 với bức xạ CuK<sub>α</sub>, góc 2 $\theta$  quét trong khoảng 5÷70°, bước quét 0,02°/s.

## 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

### 3.1. Phân tích XRD xác định sản phẩm ăn mòn

Thành phần pha trên bề mặt các lớp phủ trước và sau khi thử nghiệm ăn mòn trong khoảng thời gian 168h được xác định bằng phương pháp XRD.

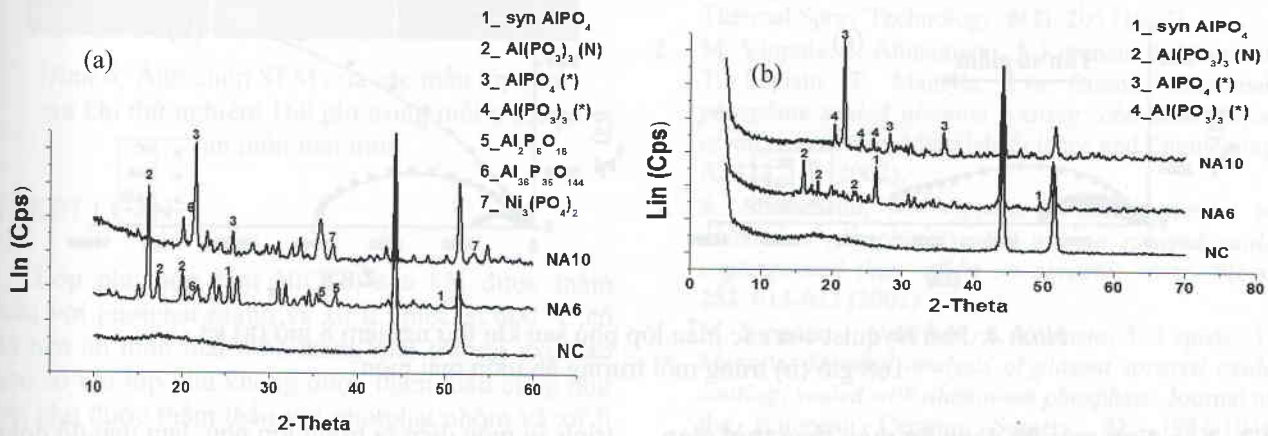
Kết quả thu được thể hiện trên hình 2 cho thấy, sau 168h thử nghiệm, một số hợp chất photphat nhôm như syn-AlPO<sub>4</sub> (hexagonal), Al(PO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>(N: không định dạng) vẫn tồn tại trên bề mặt lớp phủ. Điều này chứng tỏ, các hợp chất này không bị hòa tan và bám dính tốt trên bề mặt lớp phủ. Các hợp chất Al<sub>2</sub>P<sub>6</sub>O<sub>18</sub> (monoclinic), Al<sub>36</sub>P<sub>36</sub>O<sub>144</sub> (orthohombic) và Ni<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> (monoclinic) đã bị hòa tan trong môi trường axit H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pH2. Sự xuất hiện của pha tinh thể Al(PO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>\* (cubic) trên bề mặt mẫu NA10 sau khi thử nghiệm được giải thích là do ban đầu hàm lượng pha tinh thể này quá nhỏ so với các pha khác nên không xuất hiện pic nhiễu xạ trên giản đồ XRD. Sau quá trình thử nghiệm ăn mòn mài mòn, hai hợp chất Al<sub>36</sub>P<sub>36</sub>O<sub>144</sub> và Ni<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> bị hòa tan đã tạo điều kiện làm xuất hiện pic nhiễu xạ của Al(PO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>\*. Pha tinh thể AlPO<sub>4</sub>\* (Orthohombic) không bền nhưng sau 168 giờ thử nghiệm vẫn tồn tại trên bề mặt mẫu NA10 có thể là do hợp chất này bị hòa tan chậm.

### 3.2. Kết quả đo chiều dày mẫu theo thời gian

Chiều dày các mẫu lớp phủ đều giảm trong quá trình thử nghiệm (hình 3). Sau 168 giờ thử nghiệm, các mẫu NC, NA6, NA10 có chiều dày giảm lần lượt

là 67,2; 47,4 và 78,0  $\mu\text{m}$ . Trong các mẫu lớp phủ được nghiên cứu, chiều dày của mẫu NA10 giảm nhiều nhất và của NA6 giảm ít nhất. Điều này chứng tỏ, sự có mặt pha tinh thể photphat nhôm syn- $\text{AlPO}_4$  và  $\text{Al}(\text{PO}_3)_3(\text{N})$  đã góp phần làm tăng khả năng chịu

mài mòn trong môi trường axit  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pH= 2 có chứa các tác nhân gây mài mòn cho mẫu NA6. Sự xuất hiện của các pha tinh thể  $\text{Ni}_3(\text{PO}_4)_2$  và  $\text{Al}_{36}\text{P}_{36}\text{O}_{144}$  không bền trong môi trường axit đã hạn chế đáng kể khả năng chịu mài mòn cho mẫu NA10.



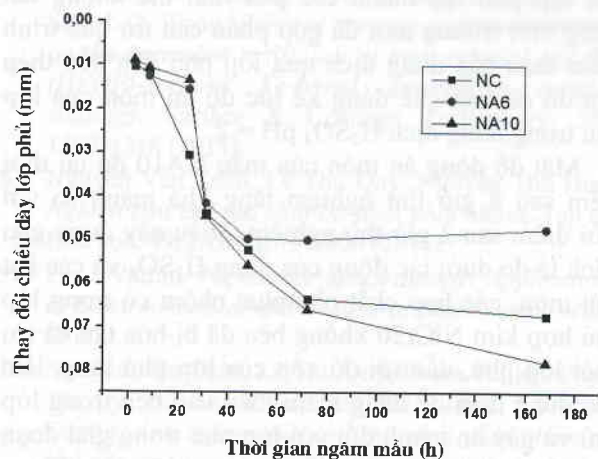
Hình 2: Thành phần pha photphat nhôm trên bề mặt lớp phủ của các mẫu trước (a) và sau thử nghiệm (b) trong môi trường ăn mòn mài mòn

Đối với mẫu NC, chiều dày giảm nhanh sau 24 giờ ngâm mẫu và giảm tương đối đều đặn ở các mốc đo tiếp theo. Đối với mẫu NA6, trong khoảng thời gian từ 31 đến 168 giờ ngâm mẫu, sự thay đổi chiều dày là rất nhỏ. Đối với mẫu NA10, chiều dày giảm nhanh sau 31 giờ và giảm nhanh hơn trong khoảng từ 31, đến 168 giờ thử nghiệm so với khoảng thời gian đầu. Nguyên nhân là do trong khoảng thời gian đầu, bề mặt mẫu NC có độ nhám lớn và không được che chắn bởi lớp photphat nhôm nên đã bị chịu tác động mạnh của dòng hạt gây mài mòn làm chiều dày lớp phủ giảm nhanh. Mẫu NA10, sau khi photphat nhôm bị hòa tan, sự giảm chiều dày lớp phủ diễn ra gần tương tự như mẫu NC. Điều này được giải thích là do mặc dù mẫu NA10 có được sự che chắn của photphat nhôm, nhưng do các hợp chất photphat nhôm không bền trong axit bị hóa tan làm cho lớp phủ chịu tác động trực tiếp bởi các hạt gây mài mòn có trong dung dịch tương tự như mẫu NC. Đối với NA6, do được che chắn bởi các tinh thể photphat nhôm bền trong môi trường axit nên sự tác động của tác nhân ăn mòn mài mòn vào lớp phủ NiCr20 kém hơn, chiều dày lớp phủ giảm chậm.

### 3.3. Phổ tổng trở điện hóa

Phổ tổng trở điện hóa (giản đồ Nyquist) của các mẫu sau khi thử nghiệm trong dung dịch axit  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pH = 2 có chứa các hạt rắn  $\text{SiO}_2$  được thể hiện trên hình 4. Khái quát cho thấy, phổ tổng trở của các mẫu tại hai thời điểm khác nhau đều có dạng hai bán cung nối tiếp. Bán cung thứ nhất gần gốc của đồ thị đặc trưng cho điện trở của dung dịch. Bán cung thứ

hai đặc trưng cho tổng trở của hệ lớp phủ. Khi tần số đạt giá trị thấp nhất, ứng với điểm cuối cùng của bán cung thứ hai thì tổng trở đo được xấp xỉ bằng điện trở chống ăn mòn của mẫu lớp phủ càng cao [9].

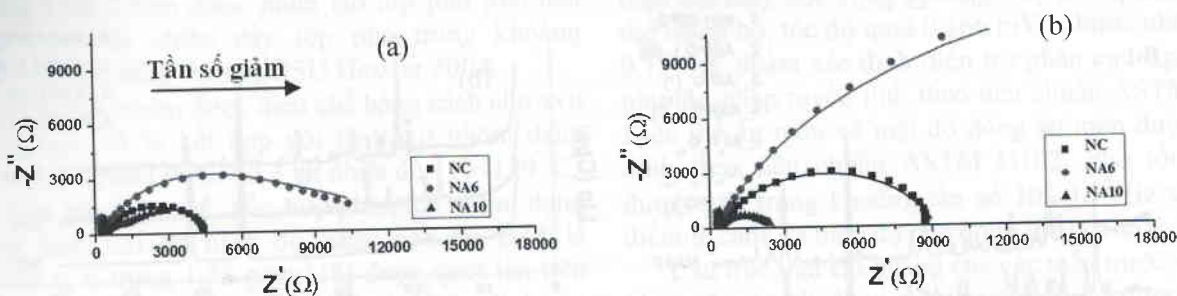


Hình 3: Sự thay đổi chiều dày lớp phủ so với trước khi thử nghiệm trong môi trường ăn mòn mài mòn

So sánh tổng trở của các mẫu sau 8 giờ thử nghiệm ăn mòn mài mòn trên hình 4 cho thấy, mẫu NA6 có tổng trở lớn nhất và mẫu NA10 có tổng trở nhỏ nhất. Kết quả trên cho thấy, khả năng chống ăn mòn của mẫu NA6 tốt hơn so với mẫu NC và NA10. Quy luật này cũng xảy ra tương tự đối với các mẫu sau 168 giờ thử nghiệm. Sau 168 giờ thử nghiệm, tổng trở của mẫu NC và NA6 tăng đáng kể. Các kết quả nghiên cứu trong [10], chỉ ra rằng, trong dung

đồng  $H_2SO_4$  pH = 2 ở trạng thái tĩnh, mẫu NC bắt đầu bị ăn mòn tới nền thép sau 2 giờ và NA6 sau 720h ngâm mẫu. Như vậy có thể thấy khả năng bảo vệ chống ăn mòn trong môi trường axit của lớp phủ

hợp kim NiCr chế tạo bằng công nghệ phun phủ hồ quang điện sau khi được xử lý thẩm thấu với photphat nhôm tốt hơn so với lớp phủ không được xử lý trong cả hai điều kiện thử nghiệm.



Hình 4: Phổ Nyquist của các mẫu lớp phủ sau khi thử nghiệm 8 giờ (a) và 168 giờ (b) trong môi trường ăn mòn mài mòn

### 3.2. Xác định mật độ dòng ăn mòn theo thời gian

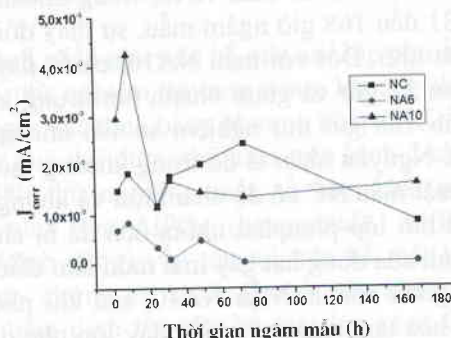
Hình 5 thể hiện sự biến đổi mật độ dòng ăn mòn  $J_{corr}$  theo thời gian của các mẫu trong môi trường axit  $H_2SO_4$  pH = 2 động có chứa hạt rắn  $SiO_2$ . Kết quả thu được cho thấy, mật độ dòng ăn mòn của mẫu NA6 thấp hơn so với các mẫu NC, NA10 ở tất cả các thời điểm đo mẫu trong khoảng thời gian 168 giờ. Nguyên nhân là do mẫu NA6 sau khi được xử lý nhiệt đến 600 °C, photphat nhôm trong các lỗ xốp của lớp phủ tạo thành các pha tinh thể không tan trong môi trường axit đã góp phần cản trở quá trình thẩm thấu của dung dịch qua lớp phủ đến nền thép qua đó đã hạn chế đáng kể tốc độ ăn mòn của lớp phủ trong dung dịch  $H_2SO_4$  pH = 2.

Mật độ dòng ăn mòn của mẫu NA10 đo tại thời điểm sau 8 giờ thử nghiệm tăng khá mạnh so với thời điểm sau 2 giờ thử nghiệm. Điều này được giải thích là do dưới tác động của dòng  $H_2SO_4$  và các hạt mài mòn, các hợp chất photphat nhôm có trong lớp phủ hợp kim NiCr20 không bền đã bị hòa tan và rời khỏi lớp phủ, dẫn tới độ xốp của lớp phủ tăng, làm cho dung dịch dễ dàng thẩm thấu vào bên trong lớp phủ và gây ăn mạnh đối với lớp phủ trong giai đoạn này. Quá trình ăn mòn diễn ra trong lớp phủ đã tạo ra các sản phẩm ăn mòn che chắn các lỗ xốp, làm mật độ dòng ăn mòn giảm xuống và ổn định ở các giai đoạn đo mẫu tiếp theo.

Đối với mẫu lớp phủ NC trong các giai đoạn đầu đo mẫu, mật độ dòng ăn mòn có sự biến đổi tăng giảm khác nhau thể hiện các quá trình hòa tan và hình thành sản phẩm ăn mòn trong giai đoạn này. Thời gian thử nghiệm đủ dài đã làm cho dung dịch  $H_2SO_4$  thẩm thấu tới bề mặt thép nền và làm cho mật độ dòng ăn mòn có sự gia tăng ở các thời điểm đo mẫu tiếp theo. Khi sản phẩm ăn mòn trong lớp phủ đủ lớn do thời gian ngâm mẫu dài đã cản trở quá

trình ăn mòn diễn ra trong lớp phủ, làm mật độ dòng ăn mòn đo được ở thời điểm sau 168 giờ thử nghiệm nhỏ hơn so với thời điểm thử nghiệm sau 72 giờ.

Các kết quả thu được từ phép đo quét đường cong phân cực phù hợp với các kết quả đo chiều dày, đo SEM và đo phổ tổng trở thu được ở trên.



Hình 5: Biến thiên mật độ dòng ăn mòn  $J_{corr}$

### 3.4. Kết quả đo SEM

Ảnh cấu trúc mặt cắt ngang của lớp phủ được thể hiện trong hình 6. So sánh tương đối chiều dày lớp phủ hợp kim NiCr20 của các mẫu dựa vào ảnh chụp cấu trúc mặt cắt ngang cho thấy, sau 168 giờ thử nghiệm, lớp phủ NiCr20 của mẫu NA6 dày hơn của mẫu NC và NA10. Nguyên nhân là do ban đầu mẫu NA6 đã có chiều dày lớp phủ lớn hơn, đồng thời trong quá trình thử nghiệm, mẫu này bị mài mòn ít hơn.

Hình ảnh SEM thể hiện cấu trúc mặt cắt ngang của các mẫu lớp phủ cho thấy, các mẫu NC và NA10 có nhiều lỗ xốp hơn so với mẫu NA6. Kết quả này một lần nữa khẳng định khả năng bảo vệ chống ăn mòn của mẫu NA6 tốt hơn so với các mẫu NC và NA10.



Hình 6: Ảnh chụp SEM của các mẫu lớp phủ sau khi thử nghiệm 168 giờ trong môi trường ăn mòn mài mòn

#### 4. KẾT LUẬN

Lớp phủ hợp kim NiCr20 sau khi được thấm thấu với photphat nhôm và xử lý nhiệt tại 600 °C có độ bền ăn mòn mài mòn trong môi trường axit cao hơn so với lớp phủ không được thấm thấu cũng như lớp phủ được thấm thấu với photphat nhôm và xử lý tại 1000 °C.

Sau 168 giờ thử nghiệm, chiều dày lớp phủ NA6 đã giảm đi khoảng 47 μm thấp hơn khoảng 40 % so với lớp phủ NC. Kết quả này cho thấy, lớp phủ hợp kim NiCr20 sau khi thấm thấu với photphat nhôm và được xử lý nhiệt đến nhiệt độ 600 °C đã góp phần cải thiện đáng kể khả năng chịu ăn mòn trong môi trường axit có chứa các tác nhân gây mài mòn.

Lớp phủ hợp kim NiCr20 sau khi thấm thấu với photphat nhôm và được xử lý nhiệt tại 1000 °C, trong lớp phủ có sự hình thành các pha tinh thể không bền trong môi trường axit ( $AlPO_4^*$  và  $Al_{36}P_{36}O_{144}$ ) làm suy giảm khả năng chống ăn mòn của lớp phủ trong môi trường axit có các tác nhân gây mài mòn.

Sự có mặt của các pic nhiễu xạ đặc trưng cho các thành phần pha  $syn\_AlPO_4$  và  $Al(PO_3)_3(N)$  trên bề mặt lớp phủ sau khi mẫu được ngâm 168 giờ trong môi trường  $H_2SO_4$  pH = 2 có chứa tác nhân mài mòn chứng tỏ rằng các pha này không bị hòa tan trong môi trường thử nghiệm.

**Lời cảm ơn.** Các tác giả cảm ơn sự tài trợ của đề tài dành cho cán bộ trẻ năm 2015 cấp Viện Kỹ thuật nhiệt đới, Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam.

Liên hệ: **Phạm Thị Lý**

Viện Kỹ thuật nhiệt đới

Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam

Số 18, đường Hoàng Quốc Việt, Quận Cầu Giấy, Hà Nội

E-mail: lypham09.nd@gmail.com; Điện thoại: 0973483425.

#### TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. E. M. Leivo, M. S. Vippola, P. P. A. Sorsa, P. M. Vuoristo and T. A. Mantyla. *Wear and corrosion properties of plasma sprayed  $Al_2O_3$  and  $Cr_2O_3$  coatings sealed by aluminum phosphates*, Journal of Thermal Spray Technology, **6(2)**, 205 (1997).
2. M. Vippola, S. Ahmaniemi, J. Keranen, P. Vuoristo, T. Lepisto, T. Mantyla, Eva Olsson. *Aluminum phosphate sealed alumina coating: characterization of microstructure*, Materials Science and Engineering A, **323**, 1-8 (2002).
3. S. Ahmaniemi, M. Vippola. *Residual stresses in aluminium phosphate sealed plasma sprayed oxide coatings and their effect on abrasive wear*, Wear, **252**, 614-623 (2002).
4. M. Vippola, J. Vuorinen, P. Vuoristo, T. Lepisto, T. Mantyla. *Thermal analysis of plasma sprayed oxide coatings sealed with aluminium phosphate*. Journal of the European Ceramic Society, **22**, 1937-1946 (2002).
5. S. Ahmaniemi, P. Vuoristo, and T. Mantyla. *Improved Sealing Treatments for Thick Thermal Barrier Coatings*, Surface & Coatings Technology, 151-152, 412-417 (2002).
6. S. A. Abd El Gwad, M. S. Morsi, K. F. Ahmed. *Characterization of Air Plasma Sprayed  $AlPO_4$  and Laser-Sealed  $ZrO_2$ -MgO Coatings on Ni-Base Supper Alloys of Aero-Engine*, Int. J. Electrochem. Sci., 13020-13043 (2012).
7. Y. Wang, S. L. Jiang, Y. G. Zheng, W. Ke, W. H. Sun, J. Q. Wang. *Effect of porosity sealing treatments on the corrosion resistance of high-velocity oxy-fuel (HVOF)-sprayed Fe-based amorphous metallic coatings*, Surface & Coatings Technology, **206**, 1307-1318 (2011).
8. Nguyễn Văn Tuấn, Lê Thu Quý, Nguyễn Thu Hoài. *Nghiên cứu chế tạo chất bột photphat nhôm*, Tạp chí Hóa học, **49(2ABC)**, 796-800 (2011).
9. F. L. Vadim. *Impedance Spectroscopy: Applications to Electrochemical and Dielectric Phenomena*, Wiley (2012).
10. Nguyễn Văn Tuấn, Lê Thu Quý, Phạm Thị Hà, Phạm Thị Lý, Đỗ Thị Thục, Đào Bích Thủy, Lý Quốc Cường. *Ảnh hưởng của chất bột photphat nhôm tới khả năng bảo vệ chống ăn mòn của lớp phun phủ hợp kim NiCr trong môi trường axit sulfuric*, Tạp chí Hóa học, **52(6A)**, 132-136 (2014).