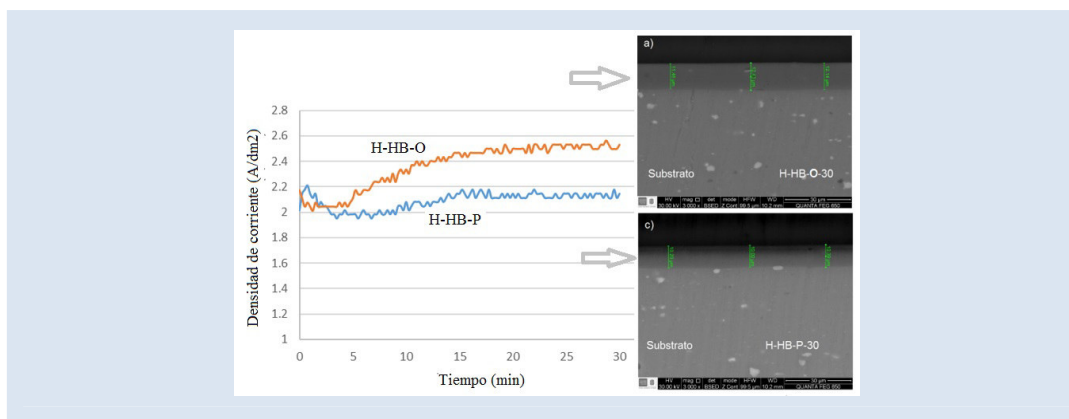


EFFECTO DE TIEMPO Y TIPO DE ELECTROLITO EN LA GENERACIÓN DE PELÍCULAS DE ÓXIDO ANÓDICO SOBRE LA ALEACIÓN DE ALUMINIO AA5083 – H116

María M. Cely-Bautista¹, Jorge A. Soto-Duarte², Grey Castellar³, Javier Jaramillo Colpas⁴, Iván Romero Mejía⁵

1: Grupo de Investigación en Gestión Eficiente de Energía - KAI, Facultad de ingeniería. Universidad del Atlántico, Cra. 30 # 8- 49 Puerto Colombia – Colombia. 2: Facultad de ingeniería. Universidad Autónoma del Caribe, Calle 90 No 46-112-Barranquilla – Colombia. 3: Grupo de Investigación IMTEF, Facultad de ingeniería. Universidad Autónoma del Caribe, Calle 90 No 46-112-Barranquilla – Colombia. 4: Grupo GICNEX. Dpto. de Ciencias Naturales y Exactas. Universidad de la Costa, CUC, Cra.55 No. 58-66, Barranquilla, Colombia. 5: Grupo GI FOURIER. Facultad de Ingeniería. Universidad Antonio Nariño, Km 7, Pto. Colombia, Colombia.

* e-mail: mariacely@mail.uniatlantico.edu.co



RESUMEN

El objetivo del siguiente artículo es evaluar la influencia de los parámetros de tiempo y tipo de electrolito en el espesor y dureza de la película generada por oxidación anódica, sobre la aleación de aluminio AA5083-H116. Fueron evaluados electrolitos, tipo oxálico y fosfórico con tiempos de 30 y 45 min de anodizado. La morfología de las películas fue observada mediante microscopía electrónica de barrido (MEB). La dureza de las superficies se evaluó mediante ensayos Vickers. Para validar los resultados fue aplicado un diseño factorial 2^2 . Los resultados mostraron que el electrolito tipo oxálico presenta los mayores valores de espesor y dureza.

Palabras Claves: Anodizado, Aleación AA5083, Electrolitos, Microdureza, Película de Óxido, Diseño factorial.

EFFECT OF TIME AND TYPE OF ELECTROLYTE IN THE GENERATION OF OXIDE FILMS ON THE ALUMINUM ALLOY AA5083 - H116

ABSTRACT

The aim of the article is to evaluate the influence of the parameters of time and type of electrolyte on the thickness and hardness of the film generated by anodic oxidation on the aluminum alloy AA5083-H116. Electrolytes were evaluated, oxalic and phosphoric type with times of 30 and 45 min of anodizing. The morphology of the films was observed by scanning electron microscopy (SEM). The hardness of the surfaces was evaluated by means of Vickers tests. To validate the results, a factorial design was applied 2^2 . The results showed that the oxalic type electrolyte has the highest values of thickness and hardness.

Keywords: Anodized, AA5083 alloy, Electrolytes, Microhardness, Oxide film, Factorial design.

1. INTRODUCCIÓN

La resistencia a la corrosión del aluminio se debe a la formación espontánea de una capa de óxido de aluminio (Al_2O_3) con un espesor entre 3 y 10 nm, lo que le confiere cierto grado de protección, por ser adherente y compacta, comportándose como una barrera que impide que los iones agresivos del medio ambiente actúen sobre el metal base y provoquen la corrosión. Sin embargo, la estabilidad de la capa protectora se ve afectada por sus propiedades químicas, la morfología del metal base, la morfología de la capa (porosidad) y su delgado espesor, por lo que se hace necesario un espesor de capa de mayor tamaño para proteger al aluminio contra cualquier tipo de agentes corrosivos y así expandir su campo de aplicación [1].

Uno de los métodos más efectivos para prevenir la corrosión de los aluminios es el uso de procesos de anodizado, que tiene la ventaja de no requerir equipo muy avanzado, es de bajo costo y fácil operación [2]. Algunos autores han investigado como la modificación de los parámetros, tales como densidad de corriente, tiempo, temperatura entre otros, puede producir un cambio en el comportamiento mecánico y químico del material procesado [3,4].

Algunos autores como Davoodi, Liu, Akiya y otros han utilizado diferentes electrolitos tales como el ácido sulfúrico, el ácido crómico, el ácido fosfórico y el ácido oxálico, donde en el anodizado convencional se denota que las características y propiedades de las aleaciones varían en gran medida según el medio del electrolito utilizado [3–5].

Estudios realizados por Riddar, Hogmark y Rudolphi, mostraron el efecto del H_2SO_4 , con una concentración de 160 a 170 g/l, manteniendo el voltaje y corriente constante (20V y 1.5 A/dm²), en la generación de películas de espesores variables (espesores medios entre 7 y 19 μm) con durezas de alta dispersión debido a la topografía generada por poros y partículas [6]. Por otra parte, Martínez y col., evaluaron además condiciones de temperatura del electrolito, tiempos de inmersión, con diferentes concentraciones de ácido sulfúrico, (H_2SO_4) obteniéndose espesores entre 10,2 y 41,6 μm para 10 y 60 minutos respectivamente con 5% de concentración, mejorando así la uniformidad y

adherencia de la capa anódica [7]. Otro de los electrolitos utilizados es el ácido fosfórico (H_2PO_4), es así como Akiya S, y col., encontraron un gran aporte desde el punto de vista de los electrolitos en el anodizado, utilizando placas de aluminio de alta pureza, obteniéndose alúmina porosa con estructuras autoorganizadas [4].

El desarrollo de mezclas con diferentes electrolitos ha sido una alternativa desarrollada por Ban C. L, He Y. D, y Shao X, quienes encontraron que procesos de anodizado con dos diferentes electrolitos como ácido bórico o mezclas de ácido bórico y ácido cítrico, pueden generar películas que consisten en una capa interna con una alta cristalinidad y una capa exterior con baja cristalinidad para electrolitos solos, pero que es mejorada cuando se utilizan mezclas de ácido bórico y ácido cítrico, aumentando la intensidad de campo de la película [8].

Más adelante Wang J. Y. y col., estudiaron la microestructura de las películas anódicas formadas en la aleación 7050, de diferentes concentraciones de mezcla de ácido bórico + ácido sulfúrico, o con ausencia de ácido bórico. Demostraron entonces que la adición del ácido bórico no ocasionaba un mayor crecimiento de la capa de barrera como ocurre con el ácido sulfúrico, pero sí una mayor uniformidad y homogeneidad; a medida que el contenido de ácido bórico se incrementaba, la resistencia de la capa porosa aumentaba [9].

La mezcla de 2 o más tipos de electrolitos fue aplicada por M. Saeedikhani, y col., quienes encontraron que el anodizado en ácidos sulfúrico-bórico-fosfórico proporcionó una mejor resistencia a la corrosión y durabilidad en comparación con el tratamiento de oxidación anódica en ácido fosfórico o ácido sulfúrico-bórico, con capas anódicas tipo barrera de hasta 19,5 nm [10]. Por otra parte, Wang J. Y. y col., estudiaron el proceso de oxidación y crecimiento de la capa anódica, en una aleación AA5083 Al-Mg, usando un electrolito ternario de ácido sulfúrico-bórico-oxálico donde encontraron que el aumento de la concentración de la doble capa iónica situada en la interfase del óxido podría acelerar la tasa de crecimiento de la película. La capa anódica pudo alcanzar espesores de 8 - 9 micras [11].

El presente artículo pretende analizar el efecto del tipo de electrolito y tiempo de tratamiento sobre la dureza y espesor de la película de óxido formada en la aleación de aluminio AA5083-H116, validado mediante un diseño factorial 2².

2. PARTE EXPERIMENTAL

El material base utilizado para este estudio fue una aleación de aluminio AA5083-H116, la cual se caracteriza por ser rica en Mg con una alta resistencia mecánica y resistencia a la corrosión especialmente en agua de mar y buena soldabilidad. Las muestras de aluminio corresponden a discos de 14 mm de diámetro con un espesor de 4,7 mm. El material fue preparado metalográficamente mediante la norma ASTM E3

[12] donde se le aplicó a cada probeta un desbaste mecánico con papel de carburo de silicio de grano 600, 1200, 1500 y 2000, seguido de un pulido con alúmina 0,3 micras, posterior a esto se realizó una limpieza y desengrase de la superficie con una solución de 5% de NaOH a temperatura ambiente y se lavaron en una solución de HNO₃ al 50% y luego se enjuagó con agua destilada [11]. Se utilizó un microscopio óptico invertido, modelo Olympus MBX60 con aumentos de 50x y 100x para observar la superficie de las probetas.

En la tabla 1 se muestra la composición química del material base utilizado en previas investigaciones.

Tabla 1. Composición química en porcentaje en peso del metal base AA5083-H116 [13].

Elemento	Al	Mg	Mn	Fe	Si	Cu	Zn	Cr	Ni
% Peso	Balance	4,017	0,418	0,238	0,022	0,176	0,013	0,061	0,015

Las películas de óxido se desarrollaron sobre discos de aluminio de la aleación AA5083-H116 por anodizado electroquímico utilizando dos tipos de electrolitos en mezclas de ácido sulfúrico, y ácido bórico con ácido oxálico y fosfórico (E1: H₂SO₄-0.51 mol/L + H₃BO₃-0.097 mol/L + C₂H₂O₄-0.067 mol/L (H-HB-P) y E2: H₂SO₄-0.51 mol/L + H₃BO₃-0.097 mol/L + H₃PO₄-0.067 mol/L (H-HB-O)) con tiempos de tratamiento de 30 y 45 minutos.

La morfología de las películas de Al₂O₃ y su espesor se determinó mediante microscopía electrónica de barrido (MEB), utilizando un microscopio modelo JOEL Quanta 650 FEG; Las pruebas de microdureza fueron desarrolladas en un equipo marca Wilson Wolpert, con carga de 0,01 Kg a 15 segundos.

Para analizar el efecto los factores y sus interacciones sobre la dureza y espesor de la película de óxido formada en la aleación de aluminio AA5083-H116, se desarrolló un diseño

factorial 2². Se evaluaron dos tipos de electrolitos ((H₂SO₄, H₃BO₃, C₂H₂O₄) (+) y (H₂SO₄, H₃BO₃, H₃PO₄) (-) y dos tiempos 30 minutos (+) y 45 minutos (-).

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Caracterización de la aleación de aluminio 5083-H116

En la figura 1, se observa la distribución y presencia de la fase β (Al₃Mg₂) de la aleación AA5083-H116 en los límites de grano; en la figura 1B, se observa una distribución de granos alargados, debido al tratamiento de endurecimiento por deformación general que posee este tipo de aleación; también se observa la posible presencia de inclusiones de compuestos intermetálicos de Mg₂Si, Al₂CuMg o Al₃Fe, presentes dentro del grano basados en el MetalHandbook. (ASM, 2001).

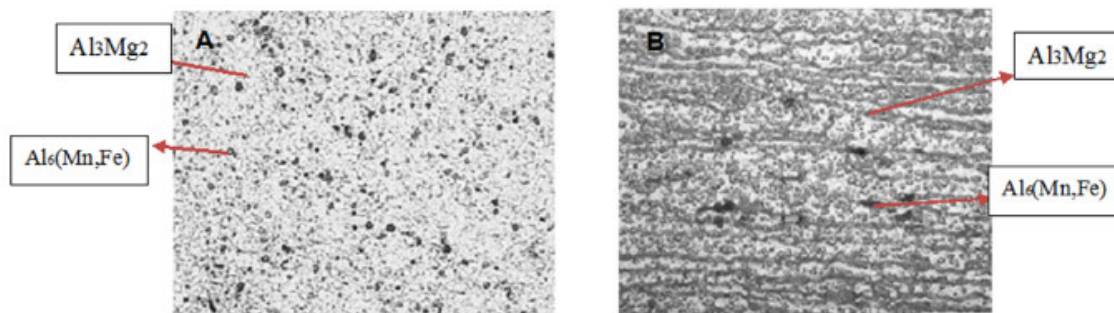


Figura 1. Micrografías de la aleación de aluminio 5083-H116 atacada con solución Poulton modificada[10,14]. A) Sección transversal B) Sección longitudinal, Microscopio óptico 50X.

3.2 Caracterización de la capa anódica

El proceso de anodizado en el electrolito tipo fosfórico (H-HB-P) al cabo de 5 minutos fue más estable en comparación con el electrolito tipo oxálico (H-HB-O), al presentar una variación de la densidad de corriente muy cercana a la estipulada para este proceso, logrando una capa anódica más uniforme. Por otra parte, con el

electrolito tipo oxálico (H-HB-O), se tendió a elevar la densidad de corriente a lo largo de la prueba, lo que se relacionaría directamente a las reacciones iónicas que suceden en la superficie entre el ánodo y la solución, y sugerirían una formación de capa anódica de mayor espesor para este tipo de electrolito (Ver Figura 2).

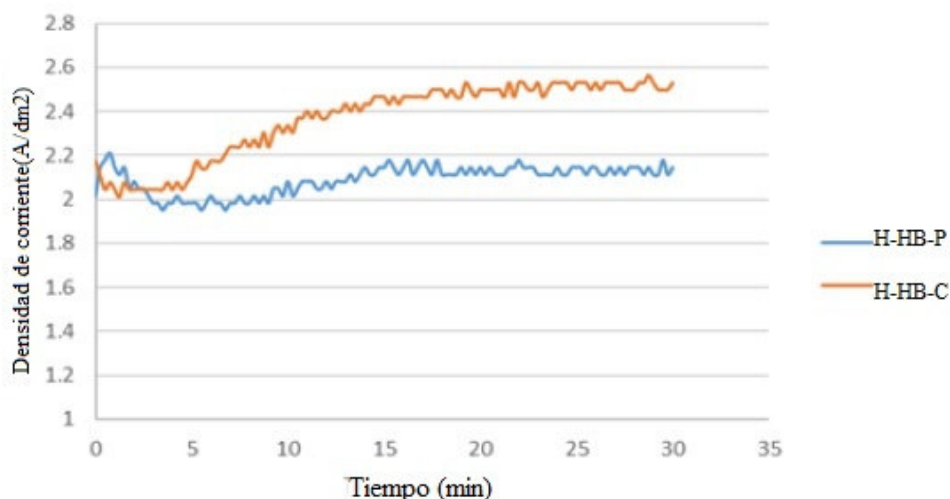


Figura 2. Comportamiento de la densidad de corriente H-HB-P vs H-HB-C.

J. A. Treverton et al., en su estudio encontraron que la formación de películas anódicas en ácidos oxálicos y fosfóricos, se comportaban de manera similar, ya que los iones de aluminio en la superficie están coordinados a los fosfatos u oxalatos, con algunas diferencias en sus velocidades de reacción con los grupos O, OH y Al. Determinaron que los grupos oxalatos tienen una mayor velocidad de reacción en el crecimiento de la capa de óxido sobre las muestras de aluminio, sin embargo, los iones

fosfatos se caracterizaron por intensos picos de O y OH, y un aumento notable de la concentración de aluminio de 4 y 6 coordenadas, lo que describe una formación elevada de especies de óxidos de aluminio. Por otro lado, las características de humectación y la adhesión de especies biológicas podrían ser marcadamente diferentes para las membranas formadas en ácido oxálico a la encontrada para las membranas formadas en electrolitos que contienen ácido fosfórico [15].

3.3 Espesor de la película formada

La figura 3 muestra las capas anódicas formadas en el electrolito tipo oxálico (H-HB-O) y fosfórico (H-HB-P) a 30 y 45 minutos. En las micrografías MEB en el electrolito H-HB-P se observa una formación más homogénea de las capas de óxido anódico que en las capas en el

electrolito H-HB-O; sin embargo, para el electrolito tipo oxálico, se obtuvieron mayores espesores para tiempos de 30 min de $12,17 \pm 0,44 \mu\text{m}$, mientras que para el mismo tiempo en el electrolito H-HB-P se obtuvieron espesores $9,67 \pm 0,68 \mu\text{m}$. Resultados similares fueron encontrados por Davoodi y col.,[1].

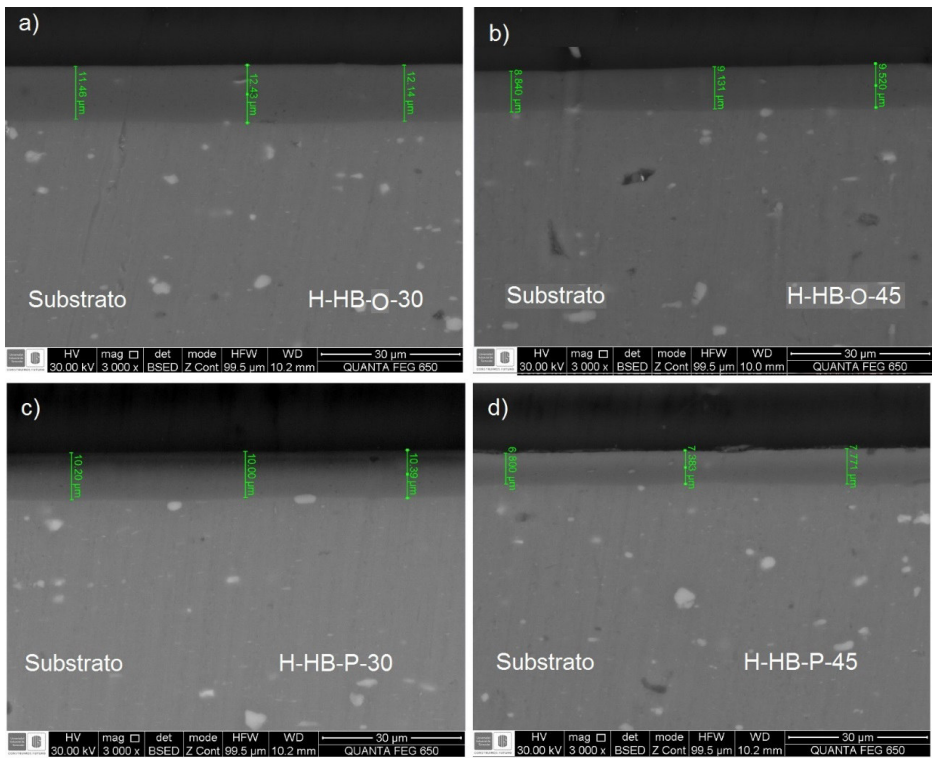


Figura 3. Micrografía de los espesores obtenidos mediante el anodizado electroquímico por medio de MEB realizado a una aleación de aluminio 5083-H116 en: A) H-HB-O a 30min; B) H-HB-O a 45 min; C) H-HB-P a 30 min; D) H-HB-P a 45 min.

Por otro lado, se encontró que a tiempos de 45 minutos se obtuvieron menores espesores de película, esto ocurre posiblemente por la disolución ácida de la capa anódica bajo

condiciones de voltaje variable, como lo enuncian W. Bensalah y otros [16,17]. En la tabla 2 se muestran los espesores promedio para cada condición.

Tabla 2. Espesor promedio de las capas anódicas obtenidas por anodización electroquímica en los electrolitos tipo oxálico y fosfórico (H-HB-O y H-HB-P). **Fuente:** Autor

Condición	Tiempo de anodizado(min)	Espesor $\pm D.E$ (μm)
Electrolito tipo oxálico: H-HB-O	30	$112,17 \pm 0,44$
	45	$8,29 \pm 0,97$
Electrolito tipo fosfórico: H-HB-P	30	$9,67 \pm 0,68$
	45	$7,13 \pm 0,64$

3.4 Ensayos de microdureza

En la tabla 3 se muestran los valores de las microdureza de las probetas de aleación de aluminio 5083-H116, obtenidas para cada electrolito en tiempos de 30 y 45 min de anodizado.

Tabla 3. Microdureza de las muestras de estudio.

Fuente: Autores

Tipo de Probeta	Microdurezas. HV _{0,01}
Material Base	68,1
H-HB-O (30 min.)	103,9 ± 0,40
H-HB-O (45 min.)	110,7 ± 0,17
H-HB-P (30 min.)	105,6 ± 0,26
H-HB-P (45 min.)	106,2 ± 0,31

Se observó una relación entre la dureza y los tiempos de anodizado, donde a mayor tiempo de anodizado, se lograron obtener mayores durezas para ambos electrolitos. Sin embargo, se encontró que para el electrolito H-HB-O, la microdureza

tuvo una diferencia mayor entre los tiempos de 30 y 45 minutos. Contrario a esto, las capas formadas en el electrolito H-HB-P, no muestran un considerable aumento de la dureza para los diferentes tiempos.

3.5 Análisis estadístico

Se desarrolló un diseño factorial multinivel que consta de 12 corridas y 3 bloques con 2 factores experimentales. El orden de los experimentos ha sido completamente aleatorizado. Esto aportará protección contra el efecto de variables ocultas. Las variables respuesta son el espesor de película de óxido (micras) y la dureza de la película (HV).

Tabla 4. Factores y niveles

Factores	Bajo	Alto	Niveles
Tipo de electrolito	-1,0	1,0	2
Tiempo	-1,0	1,0	2

El análisis de los datos se realiza mediante el software Statgraphics Centurion. En la tabla 5 se muestran las estimaciones para cada uno de los efectos estimados y las interacciones entre los factores.

Tabla 5. Efectos estimados para las variables: Espesor de película y Dureza de la película de óxido

Efecto	Variable 1: Espesor			Variable 2: Dureza		
	Estimado	Error Estd.	V.I.F.	Estimado	Error Estd.	V.I.F.
Promedio	9,3175	0,122842		106,617	0,0958635	
A: Tipo de electrolito	1,8283	0,245683	1,0	1,4	0,191727	1,0
B: Tiempo	3,2083	0,245683	1,0	-3,7	0,191727	1,0
AB	0,675	0,245683	1,0	-3,06667	0,191727	1,0
Bloque	-0,355	0,347448	1,33333	-0,183333	0,271143	1,33333
Bloque	-0,485	0,347448	1,33333	0,116667	0,271143	1,33333

Errores estándar basados en el error total con 6 grados de libertad

En la Tabla 5, se puede observar que los factores que principalmente afectan el espesor de la película de óxido formada sobre la aleación AA5083-H116, son en orden decreciente el tiempo, tipo de electrolito y la combinación de tipo de electrolito y tiempo. También se muestra el error estándar de cada uno de estos efectos, el

cual mide su error de muestreo. Note también que el mayor factor de inflación de varianza (V.I.F.), es igual a 1,33. Para el caso de la dureza, los factores que principalmente la afectan son en orden decreciente el tipo de electrolito, la interacción de factores y el tiempo. También se muestra el error estándar de cada uno de estos

efectos, el cual mide su error de muestreo.

La figura 4 muestra el diagrama de Pareto, donde se observa claramente que, el factor de tiempo, tipo de electrolito y su interacción sobrepasan la línea del efecto estandarizado, lo cual es

indicativo de que todos los factores de estudio afectan la generación de la capa de óxido y la dureza del recubrimiento.

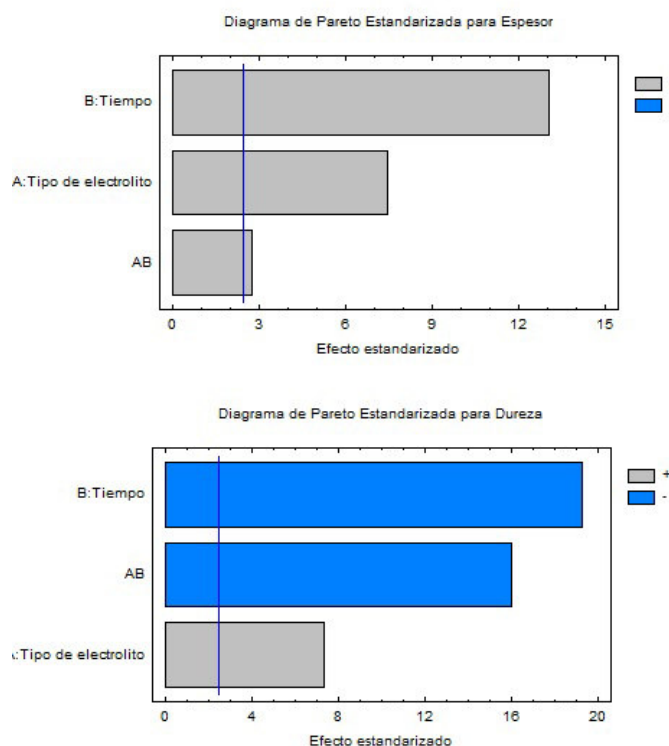


Figura 4. Diagrama de Pareto estandarizado para espesor de película y dureza

Tabla 6. Análisis de varianza para espesor

Fuente	Suma de cuadrados	GL	Cuadrado medio	Razón-F	Valor-P
A: Tipo de electrolito	10,0284	1	10,0284	55,38	0,0003
B: Tiempo	30,8802	1	30,8802	170,53	0,0000
AB	1,36688	1	1,36688	7,55	0,0334
Bloques	1,06685	2	0,533425	2,95	0,1285
Error total	1,08648	6	0,181081		
Total (corr.)	44,4288	11			

La tabla 6 muestra el análisis de varianza (ANOVA) del experimento, para la variable espesor, donde muestra la relevancia estadística de cada uno de los factores analizados, probando la significancia estadística de cada efecto comparando, su cuadrado medio contra un estimado del error experimental. En este caso, 3 efectos tienen un valor-P menor que 0,05,

indicando que son significativamente diferentes de cero con un nivel de confianza del 95,0%. El estadístico R-Cuadrada indica que el modelo, así ajustado, explica 97,5546% de la variabilidad en Espesor. El estadístico R-cuadrada ajustada, que es más adecuado para comparar modelos con diferente número de variables independientes, es 96,6375%.

La tabla 7 muestra el análisis de varianza (ANOVA) del experimento para la variable Dureza, donde prueba la significancia estadística de cada efecto comparando su cuadrado medio contra un estimado del error experimental. En este caso, 3 efectos tienen un valor-P menor que 0,05, indicando que son significativamente diferentes de

cero con un nivel de confianza del 95,0%. El estadístico R-Cuadrada indica que el modelo, así ajustado, explica 99,128% de la variabilidad en Dureza. El estadístico R-cuadrada ajustada, que es más adecuado para comparar modelos con diferente número de variables independientes, es 98,801%.

Tabla 7. Análisis de varianza para dureza de la película

Fuente	Suma De Cuadrados	GL	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
A: Tipo de electrolito	5,88	1	5,88	53,32	0,0003
B: Tiempo	41,07	1	41,07	372,42	0,0000
AB	28,2133	1	28,2133	255,84	0,0000
bloques	0,0516667	2	0,0258333	0,23	0,7981
Error total	0,661667	6	0,110278		
Total (corr.)	75,8767	11			

3.5.1 Optimización de las variables respuesta: Variables Espesor de película y Dureza

La tabla 8 muestra la combinación de los niveles y los factores, la cual maximiza Dureza y Espesor sobre la región indicada. Puede establecer el valor de uno o más factores a una constante, estableciendo los límites alto y bajo en ese valor.

Para el caso de Dureza el valor óptimo es de 110,7 HV mientras que para Espesor de película el valor óptimo es de 12,1733 μm . De igual forma la figura 5 muestra la interacción de los niveles y factores para las variables respuesta de Dureza y Espesor de la película.

Tabla 8. Valores optimizados para Dureza y Espesor de la película de óxido

Factor	Bajo	Alto	Óptimo Dureza	Óptimo Espesor
Tipo de electrolito	-1,0	1,0	1,0	1,0
Tiempo	-1,0	1,0	-1,0	1,0

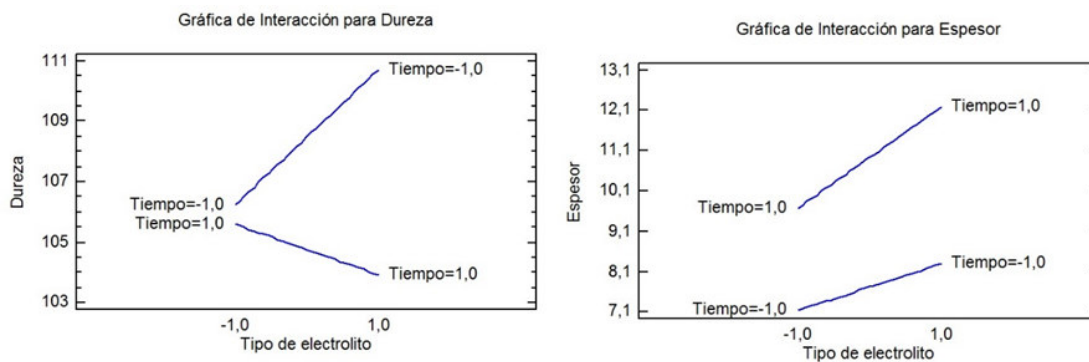


Figura 5. Diagrama de Interacción para dureza y espesor de la película de óxido

4. CONCLUSIONES

Tanto en anodizado con H-HB-O como en H-HB-P se obtuvieron los espesores de mayor calibre para la condición de 30 min en ambos casos, con valores aproximados de $12,17 \pm 0,44 \mu\text{m}$ y $9,67 \pm 0,68 \mu\text{m}$ de capa anódica respectivamente. Sin embargo, para la condición de H-HB-P se obtuvo un crecimiento de la capa más uniforme, lo que nos permite concluir que el uso de un electrolito dependerá de las necesidades de aplicación que tendrá el material, si se desea obtener una capa de mayor espesor, se debe optar por usar la mezcla H-HB-O mientras que si se necesita una mejor homogeneidad de capa anódica se deberá usar la mezcla H-HB-P.

El anodizado con mezclas de ácidos podrían ser una alternativa para obtener capas de óxido anódico con buenas propiedades mecánicas de dureza, en tiempos mayores a 30 minutos, comparados con los datos de dureza del material base.

La optimización del modelo muestra que las mejores condiciones de trabajo para la variable Dureza se da con el electrolito tipo oxálico con tiempos de 45 minutos; mientras que para la variable Espesor la mejor condición se da con el electrolito tipo oxálico con tiempos de 30 minutos.

5. AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al laboratorio de corrosión de la Universidad Tecnológica de Pereira.

6. REFERENCIAS

- [1]. Davoodi A, Esfahani Z, Sarvghad M. Corros Sci 2016;107:133–144.
- [2]. Liu J, Wang D, Gao L, Zhang D. Appl Surf Sci 2016;389:369–377.
- [3]. Miguélez I. Barcos de aluminio, ventajas e inconvenientes. Sail Trip 2016. Disponible a través de: <http://sailandtrip.com/barcos-de-aluminio/>.
- [4]. S. Akiya, T. Kikuchi, S. Natsui, N. Sakaguchi, and R. O. Suzuki. Electrochem Acta 2016;190:471–479.
- [5]. Ramírez JM, Yanes LW. Efecto del Anodizado Sobre la Razón de Desgaste de una Aleación de aluminio 6061. Trabajo de grado. San Salvador: Universidad del Salvador, 2009.
- [6]. F. Riddar, S. Hogmark, and Å. K. Rudolphi. J Mater Process Technol 2012;212:2272–2281.
- [7]. Martínez A, Beltrán M. Estudio sobre el proceso de anodizado de aluminio y de una aleación Al-Mg-Si. Tesis de grado. Mexico. Universidad Nacional Autónoma de México, 2014.
- [8]. Ban CL, He YD, Shao X. Trans Nonferrous Met Soc China. 2011;21:133–138.
- [9]. Du N, Wang SX, Zhao Q, Shao ZS. Trans Nonferrous Met Soc China (English Ed 2012;22:1655–1660.
- [10]. Saeedikhani M, Javidi M, Vafakhah S. Trans Nonferrous Met Soc China 2017;27:711–721.
- [11]. Wang JY, Li C, Zheng SL, Yin CY, Wang YH. Trans Nonferrous Met Soc China. 2014;24:3023–3030.
- [12]. ASTM Norma. E3-11 Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens Filadelfia (EE.UU): American Society for Testing and Materials, 2011.
- [13]. Unfried-Silgado J, López J, Vargas DM. Matéria (Rio J.). 2017; 22 (1).
- [14]. Lee S, Park Y, Kim S. Trans Nonferrous Met Soc China 2013;23:3206–3214.
- [15]. Treverton JA, West R, Johnson D, Thornton M. Appl Surf Sci 2012;72:349–361.
- [16]. Bensalah W, Feki M, Wery M, Ayedi. Trans Nonferrous Met Soc China 2011;21:1673–1679.
- [17]. Mehdizade M, Soltanieh M, Eivani AR. Surf Coat Technol 2019;358:741–752.