



(12) **BẢN MÔ TẢ GIẢI PHÁP HỮU ÍCH THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN
GIẢI PHÁP HỮU ÍCH**

(19) **Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ**

(11)



2-0004225

(51) **C25D 3/22; C25D 3/56; B60B 5/00**
2022.01

(13) **Y**

(21) 2-2023-00497

(22) 06/09/2023

(45) 25/07/2025 448

(43) 27/11/2023 428A

(73) **VIỆN KHOA HỌC VẬT LIỆU - VIỆN HÀN LÂM KHOA HỌC VÀ CÔNG NGHỆ
VIỆT NAM (VN)**

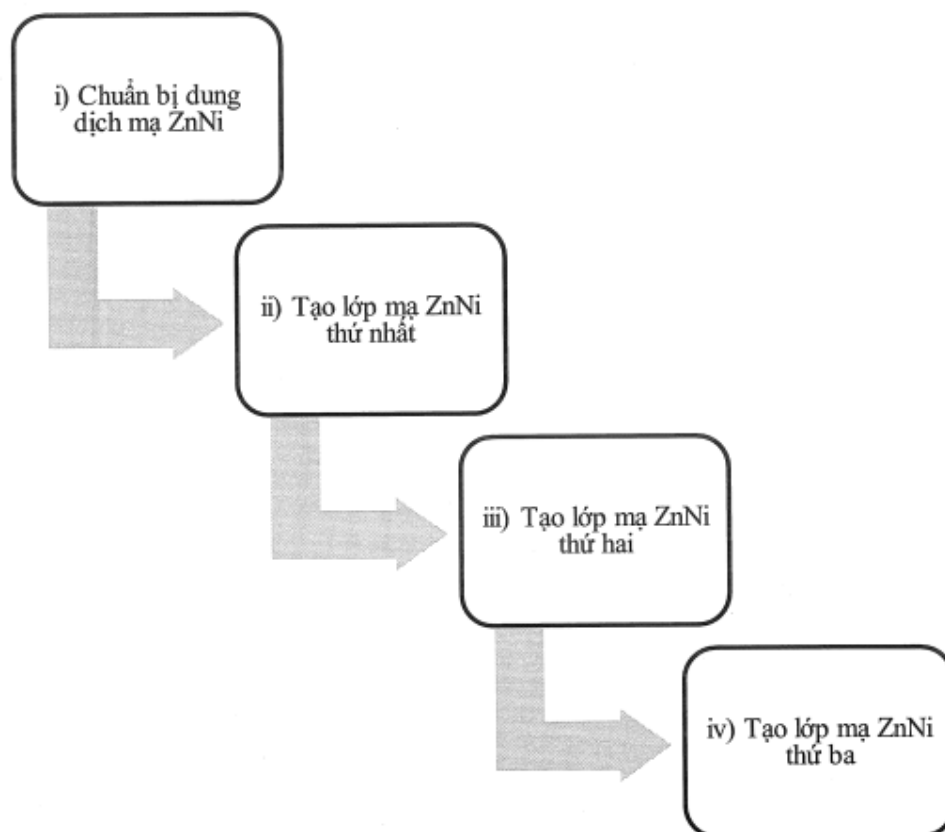
Nhà A2, số 18 Hoàng Quốc Việt, phường Nghĩa Đô, quận Cầu Giấy, thành phố Hà
Nội

(72) Nguyễn Thị Thanh Hương (VN); Lê Bá Thắng (VN); Lê Đức Bảo (VN); Uông Văn
Vỹ (VN); Trương Thị Nam (VN); Mai Việt Hà (VN).

(54) **QUY TRÌNH TẠO RA HỆ PHỦ BA LỚP KỀM - NIKEN BA LỚP HỆ KCL TRÊN
NỀN THÉP CACBON**

(21) 2-2023-00497

(57) Giải pháp hữu ích đề cập đến quy trình tạo ra hệ phủ ba lớp kẽm – niken hệ KCl trên nền thép cacbon bao gồm các bước sau: chuẩn bị dung dịch mạ ZnNi bằng cách: hòa tan NH_4Cl trong nước nóng 60°C , hòa tan ZnCl_2 với nước rồi cho vào dung dịch NH_4Cl nóng, hòa tan NiCl_2 với nước, hòa tan KCl với nước, hòa tan H_3BO_3 riêng trong nước nóng 60°C rồi đổ chung vào dung dịch trên thêm nước đến thể tích đã tính để thu được dung dịch mạ ZnNi; chuẩn bị dung dịch mạ ZnNi bằng cách: rót các dung dịch nêu trên với nhau và khuấy, rồi bổ sung nước để thu được dung dịch mạ với thành phần như sau: ZnCl_2 60 g/L, NH_4Cl 50 g/L, KCl 200 g/L, NiCl_2 150 g/L, H_3BO_3 20g/L, và điều chỉnh $\text{pH}=5,5$; và mạ dung dịch mạ ZnNi thu được ở bước (i) nêu trên lên nền vật liệu thép cacbon để thu được lớp mạ ZnNi thứ nhất trên nền thép cacbon; mạ dung dịch mạ ZnNi hệ KCl thu được ở bước (i) nêu trên lên lớp mạ ZnNi thứ nhất thu được ở bước (ii) để thu được lớp mạ ZnNi hai lớp; mạ dung dịch mạ ZnNi hệ KCl thu được ở bước (i) nêu trên lên lớp mạ ZnNi thứ hai thu được ở bước (iii) để thu được lớp mạ ZnNi ba lớp;



Hình 1

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Giải pháp hữu ích thuộc lĩnh vực bảo vệ chống ăn mòn kim loại, cụ thể giải pháp hữu ích đề cập đến quy trình tạo ra hệ phủ kẽm – niken ba lớp hệ KCl trên nền thép cacbon.

Tình trạng kỹ thuật của giải pháp hữu ích

Phương pháp mạ điện để sản xuất các lớp phủ nhiều lớp Zn-M với thiết lập kết hợp (các kim loại M như sắt Ni, Co và Fe), đã nhận được sự chú ý cao nhất trong kỹ thuật bề mặt vì độ bền ăn mòn tốt của chúng. Sản xuất lớp phủ kẽm nhiều lớp để bảo vệ nền sắt chống lại ăn mòn được tiến triển đáng kể. Trong lớp phủ nhiều lớp, mỗi lớp có vai trò riêng và loại và hình thức của các lớp được thiết kế dựa trên một số mục tiêu. Hệ lớp phủ nhiều lớp bao gồm kẽm và các nguyên tố khác như Zn-Co, Zn-Mn, Zn-Fe, và Zn-Ni được phát triển gần đây để bảo vệ chống ăn mòn các nền kim loại.

Lớp phủ nhiều lớp là lớp phủ có hai hoặc nhiều lớp thành phần. Các lớp phủ này có độ bền ăn mòn, tính chất vật lý, cơ học và từ tính tốt hơn các hợp kim thông thường. Các lớp phủ nhiều lớp kẽm-niken là một trong số các lớp phủ kẽm được đề cập trong nhiều nghiên cứu vì tính năng bảo vệ chống ăn mòn tốt trên nền thép.

Trong số các yếu tố ảnh hưởng đến lớp phủ nhiều lớp là tính chất của lớp phủ, thành phần hóa học của lớp, số lượng lớp, sự sắp xếp chúng và độ dày.

Trong lĩnh vực này cũng đã biết các lớp phủ đa lớp đang trở nên hấp dẫn hơn do cải thiện nhiều lần về bảo vệ chống ăn mòn, mặc dù hàm lượng Ni trong các lớp phủ ít, chẳng hạn ở các công bố được liệt kê dưới đây:

Pedroza và các cộng sự "Influence of formic acid on themicrostructure and corrosion resistance of Zn-Ni alloy coatings by electrodeposition, Surface & Coatings Technology 258 (2014) 232–239";

Soroor Ghaziof và các cộng sự: "Electrodeposition of single gamma phased Zn-Ni alloy coatings from additive-free acidic bath, *Applied Surface Science* 311 (2014) 635–642";

Walsh và các cộng sự: "A revivew of the electrodeposition of metal matrix composite coatings by inclusion of particles in a metal layer: an established and diversifying Technology, *Transactions of the IMF*, 92(2) (2014), 83-98";

Tolumoye J Tuaweri, Olala M Olali, Emmanuel E Jumbo. Evaluation of the wear resistance behavior of Zn-Ni and Zn-Ni/SiO₂ composite coatings, *International Journal of Research in Engineering and Technology*, 3 (11) (2014), 2319-1163.

Tolumoye J Tuaweri, Pressy P Jombo, Alexander N Okpala, Corrosion resistance characteristics of Zn-Ni-SiO₂ composite coatings, *International Journal of Advances in Materials Science and Engineering*, 3 (2) (2014), 1-12. DOI: 0.14810/ijamse.2014.3201.

Hany M. ABD EL-LATEEF, Abdel-Rahman EL-SAYED, Hossnia S. MOHRAN, Role of Ni content in improvement of corrosion resistance of Zn-Ni alloy in 3.5% NaCl solution. Part I: Polarization and impedance studies, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China* 25(2015) 2807–2816.

Moonjae Kwon, Du-hwan Jo, Soo Hyoun Cho, Hyun Tae Kim, Jong-Tae Park, Jong Myung Park, Characterization of the influence of Ni content on the corrosion resistance of electrodeposited Zn-Ni alloy coatings, *Surface & Coatings Technology* 288 (2016) 163–170.

Lớp phủ nhiều lớp có thể được chế tạo bằng cách điều chỉnh thích hợp mật độ dòng mạ catốt định kỳ trong điều kiện tối ưu từ cùng một bể mạ. Bản chất chống ăn mòn được tăng cường của lớp phủ đa lớp so với các lớp phủ đơn lớp được quy cho là sự hình thành các bề mặt mới, cho phép sự lan rộng của chất ăn mòn sang bên cạnh thay vì xâm nhập trực tiếp vào nền đã được nghiên cứu trong các công bố của Sadananda Rashmi và các cộng sự trong bài báo "Multilayered Zn-Ni alloy coatings for better corrosion protection of mild steel,

Engineering Science and Technology, an International Journal, Volume 20, Issue 3, June 2017, Pages 1227-1232”. Khả năng chống ăn mòn của lớp phủ hợp kim đơn lớp có thể tăng lên gấp nhiều lần độ lớn của nó bằng kỹ thuật đa lớp. Hiệu quả chống ăn mòn của lớp phủ đơn lớp được cải thiện nhiều lần thông qua phương pháp lớp phủ đa lớp. Để nâng cao hơn nữa độ bền ăn mòn của lớp phủ bảo vệ chống ăn mòn cho kim loại việc nghiên cứu kết hợp các lớp mạ đơn lớp xen kẽ nhau tăng độ bền ăn mòn cho hệ phủ đa lớp là rất cần thiết.

Do đó, trong lĩnh vực này vẫn có nhu cầu đề xuất quy trình tạo ra hệ phủ kẽm – niken ba lớp hệ KCl trên nền thép cacbon đơn giản, hiệu quả và độ ổn định của bề mạ cao.

Bản chất kỹ thuật của giải pháp hữu ích

Để đạt được các mục đích nêu trên, giải pháp hữu ích đề xuất quy trình tạo ra hệ phủ ba lớp kẽm – niken ba lớp hệ KCl trên nền thép cacbon bao gồm các bước sau:

(i) chuẩn bị dung dịch mạ ZnNi bằng cách: hòa tan NH_4Cl trong nước nóng 60°C , hòa tan ZnCl_2 với nước rồi cho vào dung dịch NH_4Cl nóng, khuấy cho tan hết, hòa tan NiCl_2 với nước, hòa tan KCl với nước, hòa tan H_3BO_3 riêng trong nước nóng 60°C rồi đổ chung vào dung dịch trên, thêm nước đến thể tích đã tính để thu được dung dịch mạ ZnNi hệ KCl với thành phần như sau ZnCl_2 60 g/L, NH_4Cl 50 g/L, KCl 200 g/L, NiCl_2 90 g/L, H_3BO_3 20 g/L, và điều chỉnh pH = 5,5;

(ii) mạ dung dịch mạ ZnNi hệ KCl thu được ở bước (i) nêu trên lên nền vật liệu thép cacbon với điều kiện mạ tạo lớp mạ ZnNi thứ 1 mạ tại mật độ dòng điện 4 A/ dm^2 , thời gian 5 phút

(iii) mạ dung dịch mạ ZnNi hệ KCl thu được ở bước (i) nêu trên lên lớp mạ ZnNi thứ 1 thu được ở bước (ii) tại mật độ dòng điện 1 A/ dm^2 , thời gian 20 phút để thu được lớp mạ ZnNi 2 lớp;

(iv) mạ dung dịch mạ ZnNi hệ KCl thu được ở bước (i) nêu trên lên lớp mạ ZnNi thứ 2 thu được ở bước (iii) tại mật độ dòng điện 4 A/ dm², thời gian 5 phút để thu được lớp mạ ZnNi 3 lớp;

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Hình 1 mô tả sơ đồ quy trình tạo ra hệ phủ ba lớp kẽm – niken ba lớp hệ KCl trên nền thép cacbon

Hình 2 mô tả ví dụ lớp mạ Fe/(ZnNi)₁ – 1; Fe/(ZnNi)₁ – 4 và Fe/(ZnNi)₃ – 4/1/4;

Hình 3 mô tả giản đồ XRF của lớp mạ Fe/(ZnNi)₁ – 1; Fe/(ZnNi)₁ – 4; Fe/(ZnNi)₃ – 4/1/4;

Hình 4 mô tả ảnh chiều dày lớp mạ Fe/(ZnNi)₃ – 4/1/4, độ phóng đại 500x;

Hình 5 mô tả đường cong phân cực Tafel của các mẫu mạ Fe/(ZnNi)₁ – 1; Fe/(ZnNi)₁ – 4 và Fe/(ZnNi)₃ – 4/1/4 đo trong dung dịch NaCl 3,5%;

Hình 6 mô tả hình ảnh kết quả thử nghiệm gia tốc phun muối.

Mô tả chi tiết giải pháp hữu ích

Dưới đây, quy trình tạo ra hệ phủ ba lớp theo giải pháp hữu ích sẽ được mô tả một cách chi tiết có dựa vào các hình vẽ kèm theo.

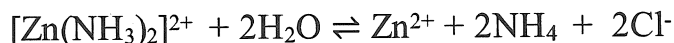
Các hoá chất được sử dụng trong nghiên cứu là hoá chất tinh khiết: NiCl₂, ZnCl₂, NH₄Cl, KCl H₃BO₃, NaCl, HCl có bán trên thị trường. Các dung dịch được pha bằng nước cất hoặc nước khử ion.

Sau đây, việc sử dụng các hóa chất với sẽ được giải thích một cách chi tiết.

KCl là muối dẫn điện trong bể điện phân, khi tăng hàm lượng KCl điện thể mạch hở tăng, thế ăn mòn của lớp mạ chuyển về phía dương hơn.

NH₄Cl là muối dẫn điện đồng thời là chất tạo phức, nồng độ NH₄Cl có ảnh hưởng cơ bản lên quá trình catốt: tăng độ dẫn điện, tăng hiệu suất dòng, tăng khả năng phân bố kim loại mạ, tăng độ phân cực catốt.

Trong dung dịch mạ chúng phân ly thành cation phức Zn(NH₃)₂²⁺ bền



Lựa chọn nồng độ ZnCl_2 60 g/L và NH_4Cl 50 g/L, KCl 200 g/L và NiCl_2 90 g/L đảm bảo lớp mạ hợp kim ZnNi tạo ra có thành phần Ni từ 12-16 % và có thành phần đồng nhất 1 pha $\gamma\text{Ni}_{15}\text{Zn}_{21}$.

H_3BO_3 là chất đệm ổn định pH, có tác dụng duy trì pH ở một khoảng xác định.

Ví dụ thực hiện giải pháp hữu ích

Ví dụ 1-3: tạo ra lớp mạ ZnNi 1 lớp và 3 lớp

Ví dụ 1 tạo ra lớp mạ ZnNi 1 lớp ký hiệu $\text{Fe}/(\text{ZnNi})_1 - 1$ với chế độ mạ mật độ dòng điện 1A/ dm^2 , thời gian 40 phút

Ví dụ 2 tạo ra lớp mạ ZnNi 1 lớp ký hiệu $\text{Fe}/(\text{ZnNi})_1 - 4$ với chế độ mạ mật độ dòng điện 4A/ dm^2 , thời gian 10 phút

Ví dụ 3 tạo ra lớp mạ ZnNi 3 lớp theo giải pháp hữu ích ký hiệu $\text{Fe}/(\text{ZnNi})_3 - 4/1/4$ (lớp mạ thứ nhất 1 được mạ tại mật độ dòng điện 4A/ dm^2 , thời gian 5 phút, lớp mạ thứ 2 được mạ tại mật độ dòng điện 1A/ dm^2 , thời gian 20 phút; lớp mạ 3- ZnNi mạ tại mật độ dòng điện 4A/ dm^2 , thời gian 5 phút) Dung dịch mạ với thành phần như nêu trong bảng 1 dưới đây được chuẩn bị.

Bảng 1. Thành phần dung dịch mạ và chế độ mạ

Thành phần	Ví dụ 1 (ví dụ so sánh)	Ví dụ 2 (ví dụ so sánh)	Ví dụ 3 (ví dụ theo giải pháp hữu ích)
NiCl_2	90 g/L	90 g/L	90 g/L
ZnCl_2	60 g/L	60 g/L	60 g/L
NH_4Cl	50 g/L	50 g/L	50 g/L
KCl	200 g/L	200 g/L	200 g/L
H_3BO_3	20 g/L	20 g/L	20 g/L
Mật độ dòng điện	1A/ dm^2		Lớp mạ 1: 4 A/ dm^2

		4 A/ dm ²	Lớp mạ 2: 1 A/ dm ² Lớp mạ 3: 4 A/ dm ²
Thời gian mạ	40 phút	10 phút	Lớp mạ 1: 5 phút Lớp mạ 2: 20 phút Lớp mạ 3: 5 phút

Trình tự tạo ra các lớp mạ ZnNi theo các ví dụ so sánh 1, 2 và ví dụ 3 bao gồm các công đoạn sau:

Công đoạn 1: Các mẫu thép được tẩy dầu mỡ bằng dung dịch 60 g/L UDYPREP-110EC (ENTHONE), nhiệt độ 50 ÷ 80 °C, thời gian 5 ÷ 10 phút.

Công đoạn 2. Các mẫu thép được rửa sạch bằng nước.

Các mẫu thép được tẩy gỉ hóa học trong dung dịch HCl 10% thể tích, urotropin 3,5 g/L, nhiệt độ thường, thời gian 2 ÷ 5 phút.

Công đoạn 3. Các mẫu thép được rửa sạch bằng nước.

Công đoạn 4: Các mẫu thép được hoạt hóa trong dung dịch HCl 5% thể tích, nhiệt độ thường, thời gian 5 giây.

Công đoạn 5: Các mẫu thép được treo trong bể mạ với chế độ mạ điện phân: Mật độ dòng điện và thời gian mạ tại bảng 1; nhiệt độ dung dịch mạ 30°C; Khuấy trộn dung dịch mạ bằng cách dùng đưa catôt dọc theo trục song song với hai anôt.

Công đoạn 6: Các mẫu thép đã được phủ các lớp mạ ZnNi được nhấc ra và rửa nước nhiều lần trong dòng nước chảy để loại bỏ hết dung dịch mạ bám trên sản phẩm.

Công đoạn 7: Các mẫu thép đã được phủ các lớp mạ ZnNi được xì nước và sấy khô

Các tính chất của dung dịch mạ và của lớp mạ thu được được đánh giá qua các thử nghiệm nêu dưới đây và các kết quả được thể hiện trên các hình vẽ từ Hình 1 đến Hình 5. Cụ thể như sau:

Thành phần của các mẫu mạ 1 lớp và 3 lớp được đo trên máy quang phổ huỳnh quang tia XRF tại Viện Khoa học Vật liệu.

Đo chiều dày lớp mạ: Chiều dày lớp mạ được đo tại mặt cắt ngang của mẫu, tiến hành đo độ dày tại 5 vị trí trên ảnh và lấy giá trị trung bình.

Mẫu được đo trên thiết bị kính hiển vi quang học Aviovert 40MAT, tại Trung tâm Đánh giá hư hỏng vật liệu, Viện Khoa học Vật liệu.

Và các mẫu được chụp và phân tích ảnh cấu trúc mặt cắt ngang trên kính hiển vi kim tương GX53 Olympus (Nhật Bản) tại Viện Kỹ thuật nhiệt đới.

Chiều dày các lớp mạ được tính toán bằng phương pháp cân khối lượng trước và sau khi mạ theo tiêu chuẩn TCVN 4392:1986 mục 3.

Phương pháp dựa trên việc xác định khối lượng mạ và được áp dụng để xác định chiều dày trung bình lớp mạ điện hóa trên các chi tiết có khối lượng không lớn hơn 200 g.

Khối lượng của lớp mạ được xác định bằng cách cân chi tiết trên cân phân tích trước và sau khi mạ.

Chiều dày trung bình của lớp mạ (H_b) mm được tính theo công thức sau:

$$H_b = \frac{(g_2 - g_1) \cdot 1000}{S \cdot \gamma}$$

ở đây: g_1 - Khối lượng chi tiết trước khi mạ, g;

g_2 - Khối lượng chi tiết sau khi mạ, g;

S - Diện tích bề mặt chi tiết được mạ, cm^2 ;

γ - Tỷ trọng của vật liệu mạ, g/cm^3 .

Độ bền ăn mòn của lớp phủ được đánh giá bằng phương pháp thử nghiệm mù muối. Trong nghiên cứu này, các tác giả của giải pháp hữu ích lựa chọn tiêu chuẩn thử nghiệm là JIS H8502:1999 với các điều kiện thử nghiệm như sau:

Thiết bị được sử dụng: Q – FOG CCT 600 (Mỹ).

Điều kiện thử nghiệm phun muối trung tính:

- pH dung dịch: $6,5 \div 7,2$
- Nồng độ NaCl: 5 %
- Áp suất phun: 1,0 Atm
- Nhiệt độ kiểm tra: $35 \div 37$ °C
- Nhiệt độ bồn bão hòa: $47 \div 49$ °C

- Tốc độ phun: 2 mL /giờ /80 cm²

Số mẫu thử nghiệm cho mỗi loại: tối thiểu 3 mẫu.

Đánh giá mẫu thử nghiệm theo tiêu chuẩn JIS 8502:1999.

Đo đường cong phân cực

Đo đường cong phân cực của lớp mạ hợp kim cho phép xác định điện thế ăn mòn và mật độ dòng ăn mòn, từ đó có thể dự đoán độ bền của vật liệu.

Tính chất điện hóa của lớp mạ được nghiên cứu bằng phương pháp phân cực thế động trên máy đo điện hóa Biologic nhiều kênh, Viện Kỹ thuật nhiệt đới, với hệ 3 điện cực: mẫu nghiên cứu có diện tích 1cm², điện cực đối platin, điện cực so sánh calomen bão hoà, đo trong dung dịch NaCl 3,5% thông khí tự nhiên. Tốc độ quét 2 mV/s.

Hình ảnh lớp mạ 1 lớp và 3 lớp được thể hiện tại hình 1, lớp mạ hợp kim 1 lớp Fe/(ZnNi)₁ - 1 tại mật độ dòng điện $D_k = 1 \text{ A/dm}^2$ thời gian mạ 40 phút (mẫu số 96) và Fe/(ZnNi)₁ - 4 tại mật độ dòng điện $D_k = 4 \text{ A/dm}^2$ thời gian mạ 10 phút (mẫu số 36) và lớp mạ ZnNi 03 lớp Fe/(ZnNi)₃ - 4/1/4 trong đó lớp 1: $D_k = 4 \text{ A/dm}^2$ thời gian mạ 5 phút; lớp 1: $D_k = 1 \text{ A/dm}^2$ thời gian mạ 20 phút; lớp 3: $D_k = 4 \text{ A/dm}^2$ thời gian mạ 5 phút (mẫu số 91). Các lớp mạ có màu xám, lớp mạ không bị bong tróc và phòng rộp, có độ bám dính tốt với nền (hình 1).

Bảng 2. Thành phần hóa học của các lớp mạ

Lớp mạ	$D_k - t$	%Ni	%Zn	Tổng
Fe/(ZnNi) ₁ - 1	1A-40m	16,2	83,8	100
Fe/(ZnNi) ₁ - 4	4A-10m	14,1	85,9	100
Fe/(ZnNi) ₃ - 4/1/4	4 - 1 - 4	16,5	83,5	100

Từ bảng 2 và hình 2 cho thấy lớp mạ Fe/(ZnNi)₁ - 1 có % Ni là 16,2 % lớn hơn so với lớp mạ Fe/(ZnNi)₁ - 4 lớp tại mật độ dòng điện cao $D_k = 4 \text{ A/dm}^2$ và thời gian mạ 10 phút có %Ni là 14,1%. Hệ lớp mạ ba lớp Fe/(ZnNi)₃ - 4/1/4 có % Ni là 16,5 % và % Zn là 83.5 %.

Chiều dày các lớp mạ được tính toán bằng phương pháp cân khối lượng trước và sau khi mạ theo tiêu chuẩn TCVN 4392:1986 mục 3. Kết quả ở bảng 3

lớp mạ Fe/(ZnNi)₁ - 1 có chiều dày trung bình là 9,2 μm , lớp mạ Fe/(ZnNi)₁ - 4 có chiều dày trung bình là 8,5 μm , lớp mạ Fe/(ZnNi)₃ - 4/1/4 có chiều dày trung bình là 13,2 μm

Bảng 3. Kết quả chiều dày các lớp mạ bằng phương pháp cân khối lượng mẫu trước và sau khi mạ

T T	Lớp mạ	Ký hiệu mẫu	g_1 , g	g_2 , g	$g_2 - g_1$, g	TB, g	Chiều dày, μm
1	Fe/(ZnNi) ₁ - 1	33	15,2818	15,5463	0,2645	0,2750	9,2
2	Fe/(ZnNi) ₁ - 1	35	14,893	15,176	0,283		
3	Fe/(ZnNi) ₁ - 1	35	14,5699	14,8649	0,295		
4	Fe/(ZnNi) ₁ - 1	96	17,892	18,1496	0,2576		
5	Fe/(ZnNi) ₁ - 4	36	14,955	15,2158	0,2608	0,2536	8,5
6	Fe/(ZnNi) ₁ - 4	92	15,6284	15,8703	0,2419		
7	Fe/(ZnNi) ₁ - 4	94	14,9037	15,1597	0,256		
8	Fe/(ZnNi) ₁ - 4	95	14,9037	15,1597	0,256		
9	Fe/(ZnNi) ₃ - 4/1/4	87	15,3628	15,7417	0,3789	0,3953	13,2
10	Fe/(ZnNi) ₃ - 4/1/4	88	15,1185	15,4735	0,355		
11	Fe/(ZnNi) ₃ - 4/1/4	90	15,4899	15,8974	0,4075		
12	Fe/(ZnNi) ₃ - 4/1/4	91	15,4159	15,856	0,4401		

Từ bảng 4 và hình 3 tổng 3 lớp mạ có chiều dày trung bình 17,308 μm , Lớp mạ 1 có chiều dày trung bình 6,158 μm . Lớp mạ 2 có chiều dày trung bình 5,044 μm . Lớp mạ 3 có chiều dày trung bình 6,106 μm .

Bảng 4. Kết quả đo chiều dày lớp mạ 3 lớp Fe/(ZnNi)₃ - 4/1/4

Lần đo	Lần 1	Lần 2	Lần 3	Lần 4	Lần 5	Giá trị TB, μm
Lớp mạ 1	6,6	6,08	6,47	5,95	5,69	6,158
Lớp mạ 2	5,04	5,17	4,66	4,92	5,43	5,044
Lớp mạ 3	5,95	5,95	5,69	6,34	6,6	6,106

Tổng 3 lớp	17,59	17,2	16,82	17,21	17,7	17,308
------------	-------	------	-------	-------	------	---------------

Kết quả đo điện hóa

Các mẫu mạ ZnNi được thực hiện các phép đo điện hóa trong dung dịch NaCl 3,5% theo mô hình hệ 3 điện cực, bao gồm điện cực làm việc là các lớp mạ có diện tích 4,52 cm², điện cực so sánh là điện cực calomen bão hòa (SCE), và điện cực đối là điện cực Pt. Các mẫu mạ ZnNi được đo phân cực Tafel trong khoảng điện thế ± 250 mV so với thế mạch hở E_{ocv} , và tốc độ quét thế 0,1 mV/s.

Sử dụng phương pháp Stern (Tafel fit) và phương pháp Stern and Geary (R_p fit), có thể tính được các giá trị mật độ dòng ăn mòn và điện trở phân cực tại các điện thế ăn mòn.

Bảng 5. Các thông số điện hóa của các lớp mạ Fe/(ZnNi)₁ _ 1; Fe/(ZnNi)₁ _ 4; Fe/(ZnNi)₃ _ 4/1/4

Mẫu	β_a (mV)	β_c (mV)	R_p ($\Omega \cdot \text{cm}^2$)	I_{corr} (mA/cm ²)	E_{corr} (mV/SCE)
Fe/(ZnNi) ₁ _ 1 Mẫu 34	85,7	647,8	2461,5	6,45	- 855
Fe/(ZnNi) ₁ _ 4 Mẫu 94	125	41,4	8842,5	1,83	-1 088
Fe/(ZnNi) ₃ _ 4/1/4 Mẫu 87	86,3	82,8	1129,5	1,64	-995

Từ bảng 5 và hình 4 cho thấy, sau khi ngâm 20 phút trong dung dịch NaCl 3,5%, mẫu mạ 87 có điện trở phân cực $R_p = 1129,5 \Omega \cdot \text{cm}^2$ cao hơn so với các mẫu 34 có $R_p = 2461,5 \Omega \cdot \text{cm}^2$, mẫu 94 có $R_p = 8842,5 \Omega \cdot \text{cm}^2$. Ngược với giá trị điện trở phân cực I_{corr} , mật độ dòng ăn mòn của mẫu 87 có giá trị $I_{corr} = 1,64 \text{ mA/cm}^2$ nhỏ hơn các mẫu 34 có $I_{corr} = 6,45 \text{ mA/cm}^2$, mẫu 94 có $I_{corr} = 1,83 \text{ mA/cm}^2$. Như vậy có thể sắp xếp độ bền ăn mòn các mẫu như sau: mẫu 3 lớp Ni16,5% Fe/(ZnNi)₃ _ 4/1/4 (87) > mẫu Fe/(ZnNi)₁ _ 4 (94) > mẫu Fe/(ZnNi)₁ _ 1 (34).

Kết quả thử nghiệm mù muối

Từ các kết quả trên hình 5 cho thấy sau 168 giờ phun muối liên tục, bề mặt các lớp mạ đã bị gỉ trắng toàn bộ bề mặt. Các mẫu chưa xuất hiện điểm gỉ đỏ. Độ bền ăn mòn của các mẫu $(\text{ZnNi})_n$ $n=1$ và $n=3$ được sắp xếp như sau:

$$\text{Fe}/(\text{ZnNi})_3 _ 4/1/4 \text{ (91)} > \text{Fe}/(\text{ZnNi})_1 _ 4 \text{ (36)} > \text{Fe}/(\text{ZnNi})_1 _ 1 \text{ (96)}$$

YÊU CẦU BẢO HỘ

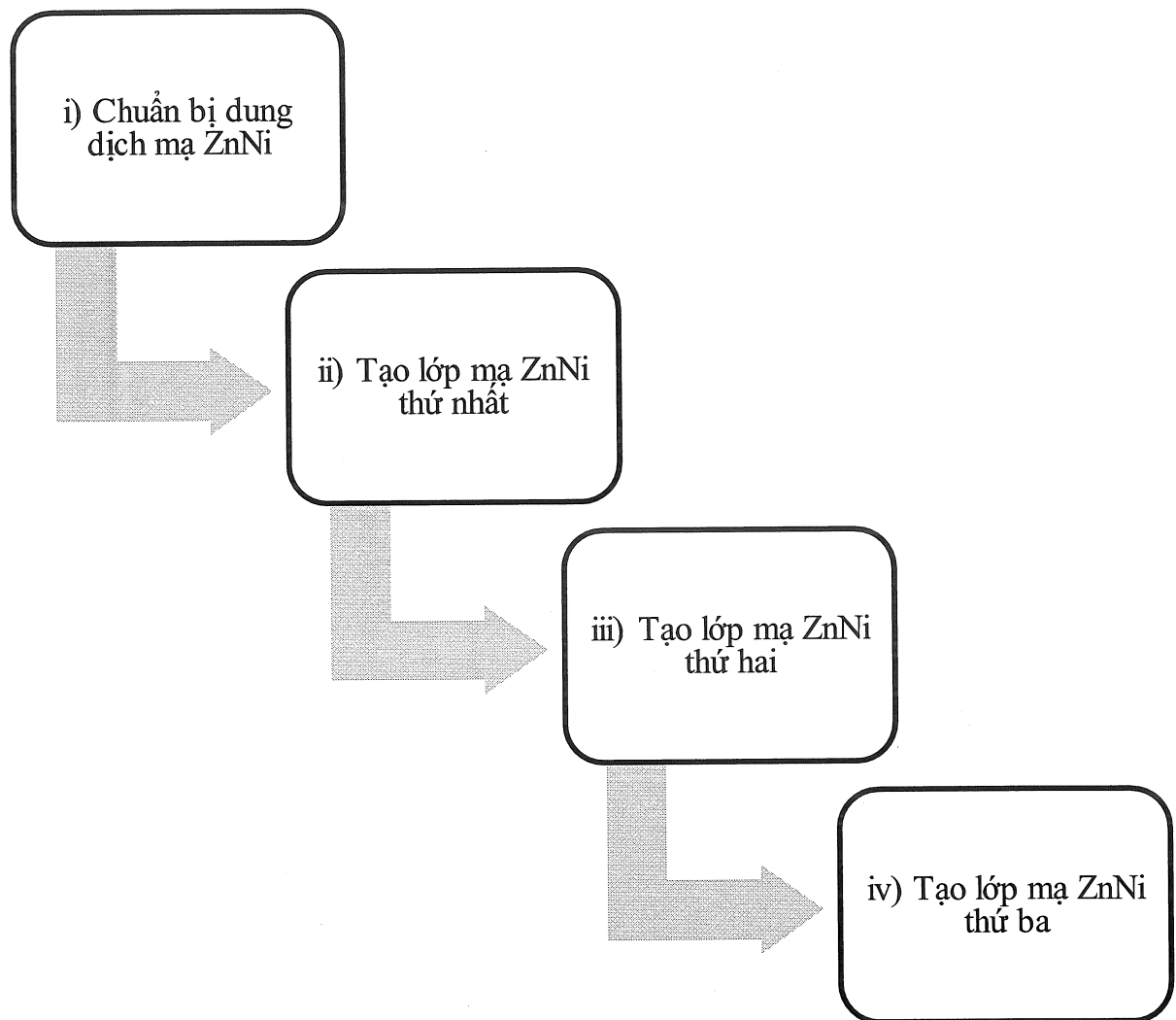
1. Quy trình tạo ra hệ phủ ba lớp kẽm – niken ba lớp hệ KCl trên nền thép cacbon bao gồm các bước sau:

(i) chuẩn bị dung dịch mạ ZnNi bằng cách: hòa tan NH_4Cl trong nước nóng 60°C , hòa tan ZnCl_2 với nước rồi cho vào dung dịch NH_4Cl nóng, khuấy cho tan hết, hòa tan NiCl_2 với nước, hòa tan KCl với nước, hòa tan H_3BO_3 riêng trong nước nóng 60°C rồi đổ chung vào dung dịch trên, thêm nước đến thể tích đã tính để thu được dung dịch mạ ZnNi hệ KCl với thành phần như sau ZnCl_2 60 g/L, NH_4Cl 50 g/L, KCl 200 g/L NiCl_2 90 g/L, H_3BO_3 20 g/L, và điều chỉnh $\text{pH} = 5,5$;

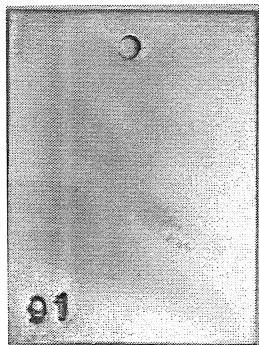
(ii) Tạo lớp mạ ZnNi thứ nhất: mạ dung dịch mạ ZnNi hệ KCl thu được ở bước (i) nêu trên lên nền vật liệu thép cacbon với điều kiện mạ tạo lớp mạ ZnNi thứ nhất mạ tại mật độ dòng điện $4\text{A}/\text{dm}^2$, thời gian 5 phút;

(iii) Tạo lớp mạ ZnNi thứ hai: mạ dung dịch mạ ZnNi hệ KCl thu được ở bước (i) nêu trên lên lớp mạ ZnNi thứ nhất thu được ở bước (ii) tại mật độ dòng điện $1\text{A}/\text{dm}^2$, thời gian 20 phút để thu được lớp mạ ZnNi hai lớp;

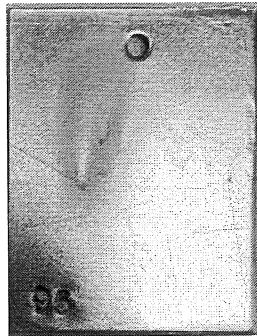
(iv) Tạo lớp mạ ZnNi thứ ba: mạ dung dịch mạ ZnNi hệ KCl thu được ở bước (i) nêu trên lên lớp mạ ZnNi thứ hai thu được ở bước (iii) tại mật độ dòng điện $4\text{A}/\text{dm}^2$, thời gian 5 phút để thu được lớp mạ ZnNi ba lớp.



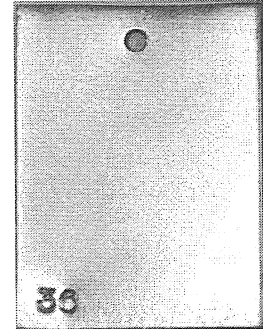
Hình 1



mẫu số 91

 $\text{Fe}/(\text{ZnNi})_3 - 4/1/4$ 

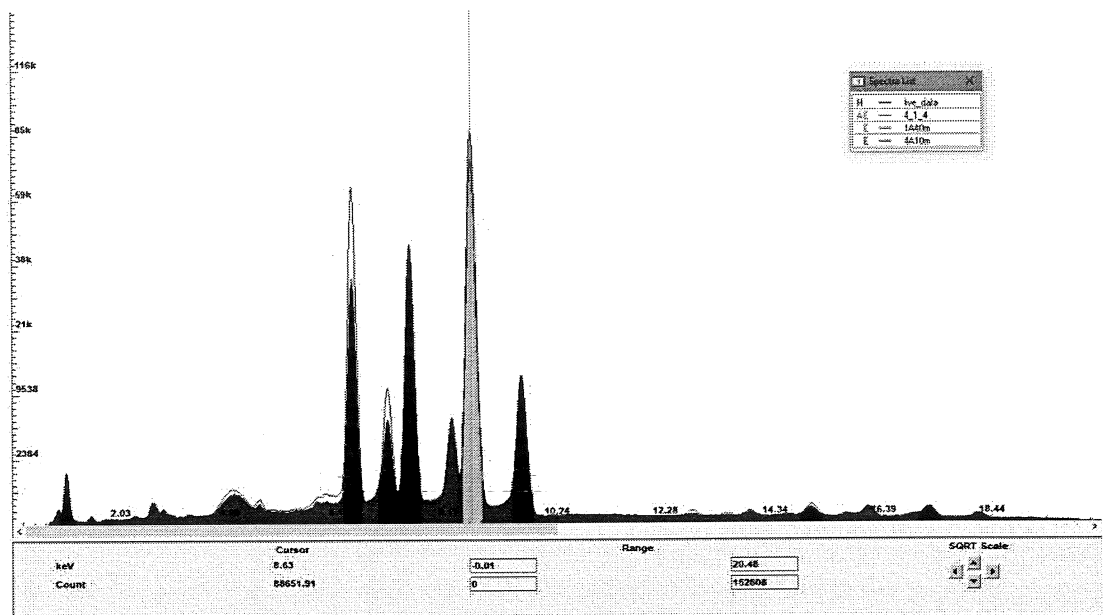
mẫu số 96

 $\text{Fe}/(\text{ZnNi})_1 - 1$ 

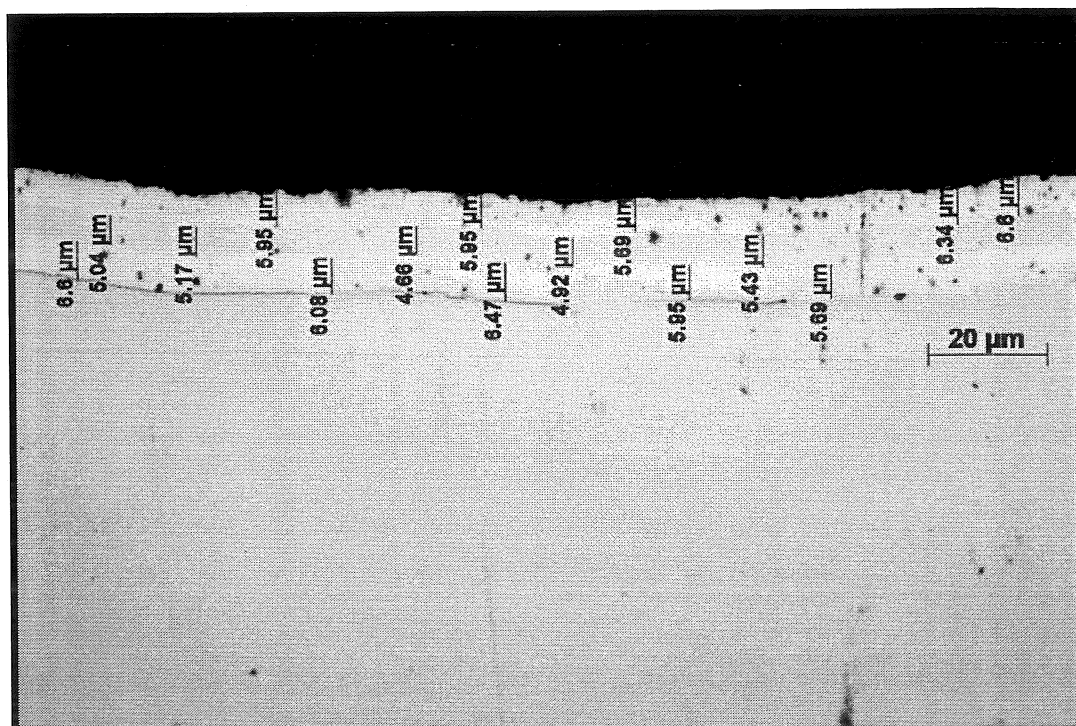
mẫu số 36

 $\text{Fe}/(\text{ZnNi})_1 - 4$

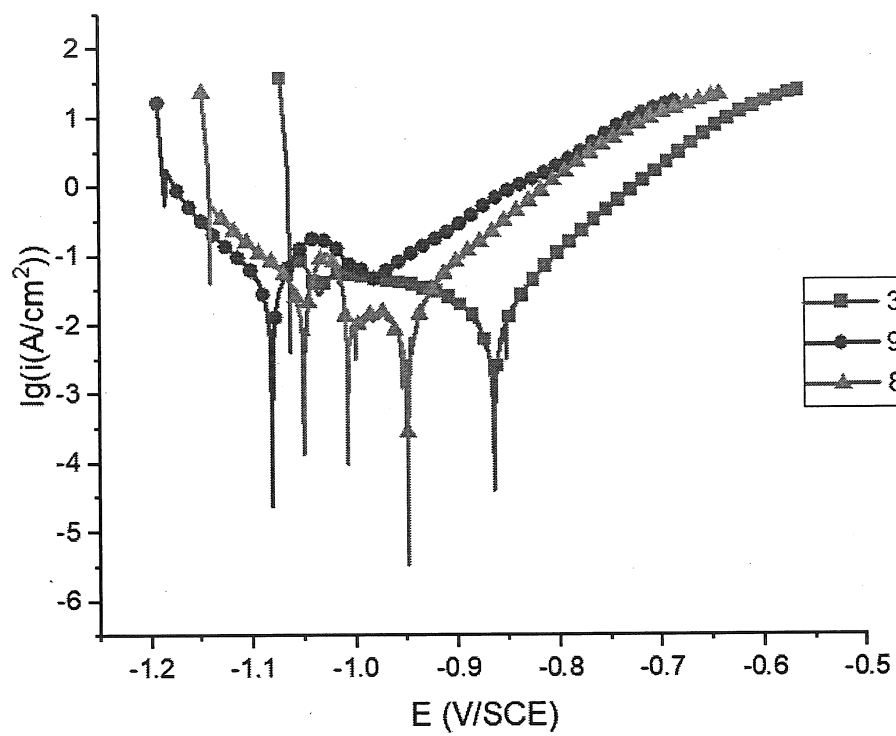
Hình 2



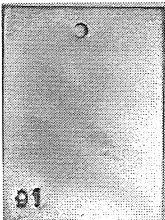
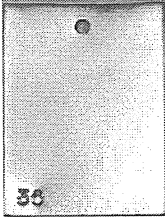
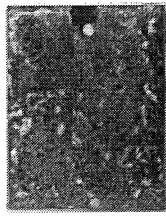
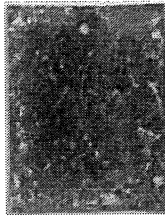
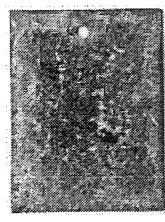
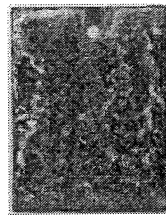
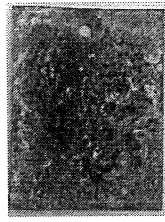
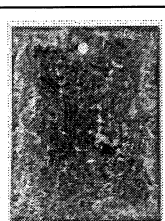
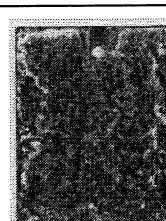
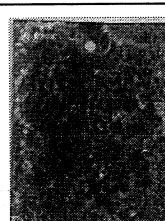
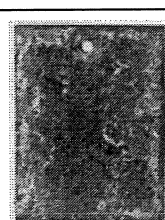
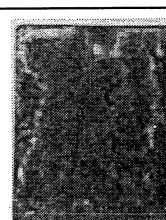
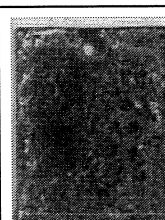
Hình 3



Hình 4



Hình 5

Thời gian, giờ	Lớp mạ $\text{Fe}/(\text{ZnNi})_3 - 4/1/4$	Lớp mạ $\text{Fe}/(\text{ZnNi})_1 - 1$	Lớp mạ $\text{Fe}/(\text{ZnNi})_1 - 4$
	91	96	36
0			
24			
48			
144			
168			

Hình 6