

# Az anodizált A356 alumíniumötvözetek felületének és keménységének vizsgálata pásztázó elektronmikroszkóppal és in situ nanoindentációval

Study of Anodic Film's Surface and Hardness on A356 Aluminum Alloys,  
Using Scanning Electron Microscope and In-Situ Nanoindentation

Musza Alexandra<sup>a</sup>, Ugi Dávid<sup>b</sup>, Vida Ádám<sup>c</sup>, Nguyen Quang Chinh<sup>d</sup>

<sup>a</sup>Bay Zoltán Alkalmazott Kutatási Közhasznú Nonprofit Kft., Gyártási Divízió, tudományos munkatárs, alexandra.musza@bayzoltan.hu

Eötvös Loránd Tudományegyetem, Anyagfizikai Tanszék, PhD hallgató

<sup>b</sup>Eötvös Loránd Tudományegyetem, Anyagfizikai Tanszék, kutatási referens, david.ugi@ttk.elte.hu

Természettudományi Kutatóközpont, Anyag- és Környezetkémiai Intézet, fizikus

<sup>c</sup>Bay Zoltán Alkalmazott Kutatási Közhasznú Nonprofit Kft., Gyártási Divízió, divízióigazgató, adam.vida@bayzoltan.hu

<sup>d</sup>Eötvös Loránd Tudományegyetem, Anyagfizikai Tanszék, egyetemi tanár, chnh@metal.elte.hu

## Kulcsszavak

anodizálás,  
alumínium ötvözet,  
kompozit szerkezet,  
SEM,  
nanoindentáció

## Keywords

anodizing,  
aluminum alloy,  
composite structure,  
SEM,  
nanoindentation

## Absztrakt

Az A356 alumínium gyakran használt ötvözet az autópárhán olyan alkatrészekhez, mint a dugattyúk, a hengerfejek, amelyek mechanikai tulajdonságai eloxálással hatékonyan növelhetők. Ezen munkákban meghatározott paraméterekkel oxálsav oldatban oxidrétegeket alakítottunk ki az A356 alumíniumötvözetben, majd az így kialakult rétegeket a pásztázó elektronmikroszkóp (SEM) és az in situ nanoindentáció kombinációjával vizsgáltuk. A kutatás célja a szubsztrátum és az oxidréteg kapcsolatának megértése annak mikroszerkezetének és nanokeménységének vizsgálatával. A speciális kompozit mikroszerkezet és ennek megfelelő, nagy keménységet mutató kísérleti eredmények alapján ez az ötvözet a jövőben is több vizsgálat témáját képezheti autópárhán alkalmazások tekintetében.

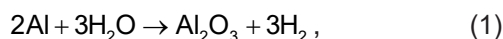
## Abstract

The A356 aluminum alloy is a very commonly used alloy in the automotive industry, for parts such as pistons, cylinder heads, and connecting rods, for which the mechanical properties can be effectively increased by anodizing. In this work, oxide layers were formed in oxalic acid solution with defined parameters on A356 aluminum alloy and then studied by using a novel combination of the scanning electron microscope (SEM) and in-situ nanoindentation. The purpose of this research is to understand the relationship between the substrate and the oxide layer by examining its microstructure and nanohardness. Based on the experimental results showing special composite microstructure and corresponding high hardness, this alloy seems to be a good alternative for replacing steel brake disks in an environmentally conscious manner.

## 1. Bevezetés

A tiszta alumínium kiváló korrózióállósággal rendelkezik, mivel a felületén spontán passzív alumínium-oxid réteg képződik, de ipari léptékben a jóval kedvezőbb sűrűség ellenére az acélhoz viszonyított korlátozott mechanikai tulajdonságai miatt megfontolással használjuk. Bár az alkalmazott ötvözőelemek javíthatják a mechanikai tulajdonságokat, az ötvözet korrózióállósága azonban csökkenhet [1].

Az A356 alumíniumötvözet egy elterjedt Si-tartalmú Al-ötvözet, amely alacsony költséggel, könnyű kezelhetőséggel, a szilárdság és a hajlékonyság jó kombinációjával, valamint a légköri korrózióval szembeni kiváló ellenállással jellemezhető. Az Al-ötvözetek jobb korrózióállóságának elérése érdekében az anodizálás egy költséghatékony felületkezelési módszer egy speciális oxidréteg létrehozására a minta felületén. Az anodizálás egy elektrokémiai folyamat, amely elősegíti az alumínium-oxid növekedését az (1) kémiai egyenlet szerint:



ahol az anodizálandó alkatrészt elektrolitban (általában savas oldatban) anódként használják. Az eljárás növeli a természetes oxidréteg vastagságát és módosítja annak szerkezetét [2].

Az anodizálási eljárás során nanoszerkezetű oxidfilm képződik, amely az alapfémből növekszik, és megfelelő elkészítés esetén kiváló kopási tulajdonságokkal rendelkező, kemény, korrózió- és kopásálló bevonatot kölcsönöz az alapmintának. A különböző alkalmazásokhoz az oxidrétegek eltérő morfológiájára van szükség, amely az

anodizálási körülményektől függően változtatható. Ha a keletkező oxid részben oldódik az elektrolitban (például oxálsavban), akkor pórusos oxidok képződnek. Azonban, például bórsav és borkősav elektrolitok használatakor, ha az oxid nem oldódik, az oxidréteg vékony és pórus nélküli lehet. Ez a tulajdonság lehetővé teszi az oxid színezését szerves színezékek, pigment impregnálással vagy különböző fémek elektrolitikus bevonattal történő bevonásával a bevonat pórusaiba [3, 4].

A bevonat vastagságát leginkább a fém/oldat határfelületen áthaladó elektromos töltés, a hőmérséklet és az elektrolit kémiai összetétele befolyásolja [5]. Az alumínium mintákon lévő anódoxid réteg vastagságának, keménységének és kopásállóságának ipari célokra jó minőségűnek kell lennie [6].

Az optimális eloxált réteg eléréséhez ismerni kell a réteg kialakulásának feltételeit. A szakirodalom szerint az alacsony hőmérséklet és a nagy anódos áramsűrűség vastag réteget eredményezhet [7], de a réteg keménysége csökkenhet. A jelenség az oxidréteg egyenetlen növekedésével jellemezhető, amely egyes pontokon a záróréteg kiegyensúlyozatlan kialakulásának és feloldódásának eredménye [8-11], amely a réteg színét is szürkéről feketére módosítja. Ezenkívül a bevonat vastagsága is erősen befolyásolja az anódos alumínium-oxid érdességét és adhézióját [12]. Az oxidréteg kialakulásával együtt az anódfilm keménysége általában nagyobb, mint a hordozóé [13].

Jelen munka főként eloxált, újrahaznosított A356 alumíniumminták mikroszerkezetének és mechanikai tulajdonságainak vizsgálatára irányul a pásztázó elektronmikroszkóp és az in situ nanoindentációs módszerek újszerű kombinációjával.

## 2. A kísérlet leírása

A kezeletlen minta (A356 Al ötvözet) kémiai összetétele Al-7Si-0,29Mg tömeg%-ban. Az anodizálható minták téglalap alakúak voltak. Az 1. ábra a kezeletlen mintát mutatja.



1. ábra: A kezeletlen minta

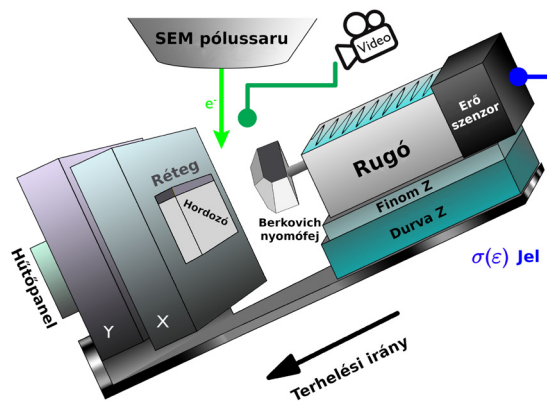
A berendezési egységünkben anódként használtuk a mintát, a katódunk egy alumínium rács volt, mely a mintát szimmetrikusan ölelte körbe. Az anodizálás során a fő paramétereink a sav összetétele és koncentrációja, a hőmérséklet, az áramsűrűség, a feszültség és a folyamat időtartama voltak. Az anodizálás hatékonyságát az elektrolit hőmérsékletének szabályozásával és keverésével (200 ford./perc) növeltük. Az előzetes kísérletek alapján 10 °C-nak választott állandó hőmérsékletet termosztát segítségével biztosítottuk, és hőmérővel folyamatosan ellenőriztük. A kísérleti paramétereket Csokán Pál könyve alapján állítottuk be [14]. Az előzetes eredmények alapján, figyelembe véve a kísérletek megvalósíthatóságának elfogadható feltételeit és a gazdaságossági megfontolásokat, 1-6 A/dm<sup>2</sup> áramsűrűség mellett 4 óráig terjedő időtartamban anodizáltuk a mintákat.

A minták természetes oxidrétegének eltávolításához 80-2500 grit keménységű SiC papírral csiszoltunk, majd Ø7 µm alumínium-oxid pasztával políroztunk. Ezután szobahőmérsékletű foszfát-fürdőt alkalmaztunk a szennyeződések eltávolításához.

## 3. Elvégzett vizsgálatok

E cikkben nagy hangsúlyt fektetünk a szerkezetvizsgálatra, mely állt először optikai (Keyence VHX-2000), majd pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálatból (TESCAN VEGA & FEI Quanta 3D FEG), az in situ mérésnek megvalósulóan. Az oxidrétegek vastagságát a minták keresztmetszetén mértük optikai mikroszkóppal.

Az alumínium autóipari felhasználásának egyik fontos feltétele a megfelelő keménység. Eddig mindig az eloxált felületen végeztek keménységméréseket, ami több problémát is felvet. A réteg vékonysága miatt csak kis erővel mérhető, ami kis mintázatot eredményez. Mivel az anodizált felületet nem szabad polírozni, így a mérés nagyfokú bizonytalanságot hordoz magában. Ebben a munkában a standard mikrokeménység mérések mellett in situ nanokeménység vizsgálatokat is végeztünk.



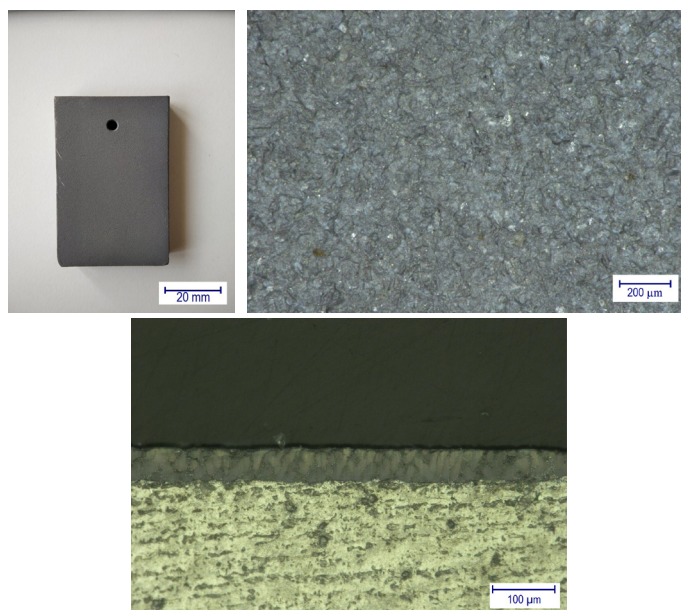
2. ábra: In-situ nanoindenter 3D ábrája

A mikrokeménységi vizsgálatokat Berkovich-fejjel ellátott UMIS indentációs eszközzel, 500 mN maximális terhelés mellett végeztük. Az in situ nanokeménység méréseket egy nemrégiben kifejlesztett mobil nanoindenterrel [15, 16] hajtottuk végre, amely SEM-be integrálható. A 2. ábrán az eszköz sematikus vázlatát látható.

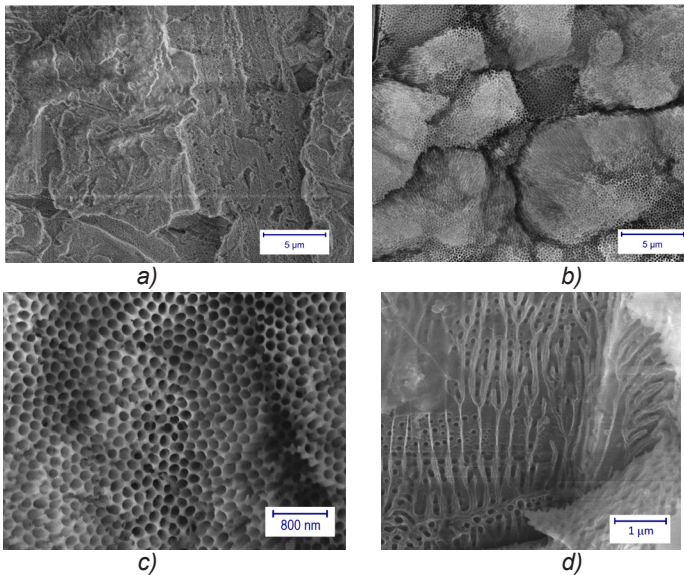
Azáltal, hogy az eszközünk beépíthető az elektronmikroszkópba, a benyomás valamint a deformációs folyamat is nyomon követhető, így az oxidréteg vékony keresztmetszetében nanokeménység méréseket lehet végezni. A benyomódás és a terhelés mérésének pontossága ~1 nm, illetve ~1 µN volt. Az eszköz részletesebb leírását a [15] tanulmány tartalmazza.

## 4. Eredmények

A 3. ábra  $j = 1 \text{ A/dm}^2$  áramsűrűséggel 1 órán keresztül anodizált minták jellemzően szürke színű felületét mutatja (3. ábra fent), valamint annak keresztmetszetét (3. ábra lent), amely a réteget és a szubsztrátumot is tartalmazza. Pásztázó elektronmikroszkóppal kimutatható, hogy az anodizált felület szerkezete erősen függ az anodizált körülményektől, elsősorban az alkalmazott áramsűrűségtől (j).



3. ábra: Az anodizált minta, annak felülete (fent) valamint keresztmetszete (lent) optikai mikroszkóp alatt



**4. ábra:** Elektronmikroszkópos felvételek az anodizált rétegek mikrostruktúrájáról:  
a) kompakt felületet mutatnak anodizálás után  $j=1\text{ A/dm}^2$ -nél 1 órán keresztül,  
b, c) méhsejt-szerű szerkezet alakult ki  $j=6\text{ A/dm}^2$ -nél 1 órán keresztül,  
d) a méhsejt szerkezet keresztmetszeti felvétele

Az 4. ábra a SEM képeket mutatja az anodizált felületek két tipikus mikrostruktúrájával. A kis áramsűrűség ( $j=1\text{ A/dm}^2$ ) alkalmazása viszonylag tömör felületet eredményezett (lásd 4a. ábra). Nagyobb ( $j=6\text{ A/dm}^2$ ) áramsűrűség esetén azonban egészen más felület figyelhető meg a mikroszkópos skálán (4b. ábra). Ebben az esetben – a méhsejt-szerkezethez hasonlóan – pórusos mikrostruktúra képződik. A pórusos szerkezet jól megfigyelhető a felületi (4c. ábra) és az anodizált réteg keresztmetszeti felvételén (4d. ábra) is. Az anodizált réteg porozitás szempontjából kompozit szerkezetnek tekinthető, amely számos előnyös mechanikai tulajdonsággal rendelkezik. Azt is meg kell jegyezni, hogy az anodizált réteg vastagsága erősen függ az alkalmazott áramsűrűség nagyságától. Az 1 órás anodizálási időre a 4a. ábrán látható  $j=1\text{ A/dm}^2$ -nél képződött réteg vastagsága kb.  $40\ \mu\text{m}$ , míg a 4b. ábrán látható  $j=6\text{ A/dm}^2$ -nél kialakuló réteg vastagsága kb. sokkal magasabb, körülbelül  $120\ \mu\text{m}$ .

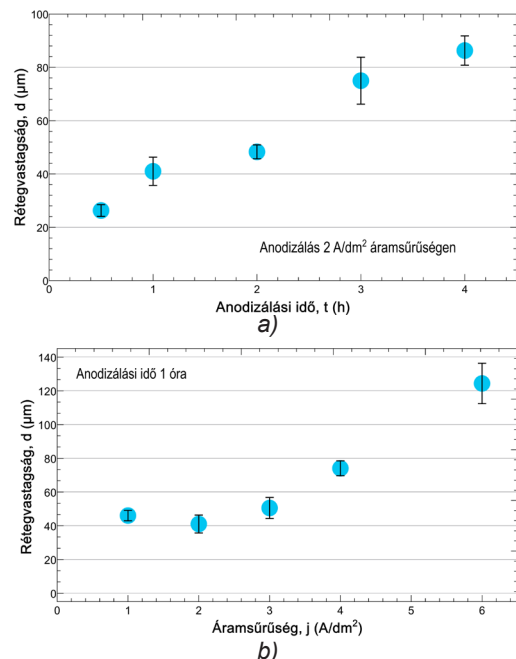
Köztudott, hogy az anodizálás során az oxidrétegek a hordozó külső rétegének kémiai átalakulásával jönnek létre. Így a felületi fémréteg különböző fizikai tulajdonságainak, kémiai összetételének és gyártástechnológiai előzményeinek kombinációja fontos irányító hatással van a kialakuló réteg tulajdonságaira. Az anodizálási körülményektől függően kisebb, nagyobb pórusok is megjelenhetnek, de nem jellemzőek [8]. A jelen kísérleti eredmények azt mutatják, hogy a nagy anodizáló áramsűrűség alkalmazása jól fejlett pórusos réteg kialakulásához vezet.

Az 5. ábra további eredményeket mutat be az alkalmazott áramsűrűség és az anodizálási idő hatásáról az anodizált rétegek vastagságára. Látható, hogy állandó áramsűrűségű anodizálás közben az anodizált réteg vastagsága (d) lineárisan változik az anodizálási idővel (t) (lásd 5a. ábra). Ugyanakkor 1 órás anodizálásnál (lásd 5b. ábra)

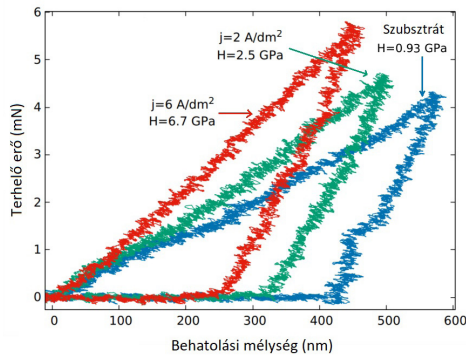
az anodizált réteg vastagsága (d) nem változik lineárisan az áramsűrűséggel (j). Feltételezhető, hogy egy bizonyos anodizálási idő alatt a rétegvastagság változását erősen meghatározza az említett pórusok kialakulása. Nem túl nagy áramsűrűségnél, ahol a Joule-hő és az elektromos tér miatti oldódás esetleg nem elég erős, a pórusok nem fejlődtek ki eléggé ahhoz, hogy növeljék az anodizálás intenzitását. Ezért kisebb áramsűrűségnél úgy tűnik, hogy egy bizonyos ideig kialakult rétegvastagság nem függ az áramsűrűségtől. A nagyobb áramsűrűség kellően nagy pórusok kialakulását eredményezheti, ami már növelheti az anodizálás intenzitását, és így a réteg vastagsága az áramsűrűség növekedésével ebben a tartományban növekedhet, ahogy az a 5b. ábrán látható. Ezen kívül nyilvánvaló, hogy az anodizált réteg szigetelő hatása miatt a réteg nem fog nagyobbra nőni egy maximális vastagságnál.

A mikroszerkezet megfigyelésével együtt az anodizált rétegek mechanikai tulajdonságait is vizsgáltuk keménységméréssel mind a felületen, mind a rétegek keresztmetszetén. Mint már említettük, mivel az anodizált felületet nem szabad polírozni, a mérés csak nagyfokú bizonytalansággal értelmezhető. A felületen végzett mikrokeménységi mérések eredményei azonban egyértelműen az anodizálásból fakadó jelentős növekedését mutatják a keménységértékben. Míg a hordozó keménysége körülbelül  $0,6 \pm 0,1\text{ GPa}$ , addig az anodizált felületeken kapott érték legalább ennek négyszerese,  $2,8 \pm 0,8\text{ GPa}$ -n belül változik. Megjegyzendő, hogy a jelen munkában kapott hordozó keménységi értéke ( $0,6 \pm 0,1\text{ GPa}$ ) majdnem megegyezik a [17, 18] -ben közölt értékkel.

Munkánk során az volt a motivációnk, hogy jobban megértsük az anodizált rétegek mikroszerkezetének a mechanikai tulajdonságaikra gyakorolt hatását. Ennek érdekében



**5. ábra:** Az anodizált rétegek vastagsága:  
a) különböző időpontokban  $j=2\text{ A/dm}^2$ -nél,  
b) különböző áramsűrűségeknel 1 órán keresztül



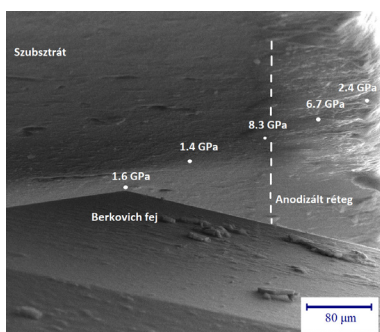
**6. ábra:** Különböző áramsűrűség mellett 1 órán keresztül anodizált minta keresztmetszetén kapott benyomódási görbék

a nanokeményiség méréseket a rétegek keresztmetszetén, a korábban leírt in situ nanoindenter eszközzel végeztük. Legjobb tudomásunk szerint az anodizált réteg keresztmetszetére vonatkozó keménységmérésekről a szakirodalom eddig nem számolt be ilyen felbontással. A technika fejlődésének köszönhetően az alkalmazott terhelés, és elmozdulás, valamint a mérési pozíció könnyen kimutatható és nagy pontossággal meghatározható. A 6. ábra három jellemző mélységi-terhelési (h-F) benyomódási görbét mutat be a 4. ábrán látható mikrostrukturákkal rendelkező két minta hordozójának és anodizált rétegének keresztmetszetén. Ezen görbék tendenciáját figyelembe véve minőségileg belátható, hogy a  $2\text{ A/dm}^2$ -nel anodizált minta mikroszerkezete (a 6. ábrán zöld görbével jellemezhető) lágyabb, mint a  $6\text{ A/dm}^2$ -nel anodizálté (piros görbe).

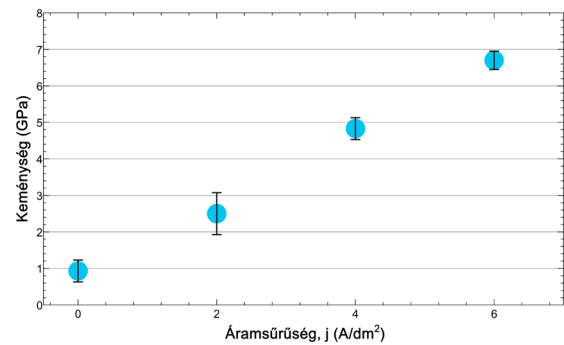
A különböző áramsűrűségeken anodizált minták keménységi értékét a jól ismert Oliver-Pharr módszerrel határoztuk meg [19, 20] és a 7. ábrán mutatjuk be. A keresztmetszeten kapott kísérleti eredmények egyrészt azt mutatják, hogy a réteg keménysége jelentősen megnövekszik a hordozóhoz képest ( $j=0\text{ A/dm}^2$ ), valamint függ az alkalmazott feszültségtől. Az 5b és a 7. ábra alapján azon összefüggés tehető, miszerint a rétegvastagság növekszik annak vastagságával.

A pásztázó elektronmikroszkóp és az indentáció kombinációja lehetővé teszi, hogy szisztematikusan vizsgáljuk a keménységet a réteg vastagsága mentén egy adott mintán, a 8. ábrán látható módon.

A rétegek kis vastagsága miatt, ezeknél a nanoindentációs méréseknél csak kis, kb. 4 mN maximális terhelést

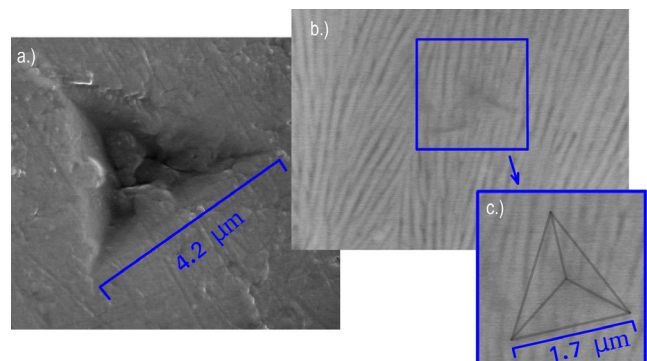


**8. ábra:** Keménységi értékek, melyeket a szubsztráton és az anodizált réteg vastagsága mentén ( $j=6\text{ A/dm}^2$ ,  $t=1\text{ h}$ ) a SEM és a nanoindentáció kombinációjával nyertünk



**7. ábra:** Különböző áramsűrűség mellett 1 órán keresztül anodizált minták keresztmetszetén kapott keménység értékek

alkalmaztunk. A jól ismert mérethatás [21-23] következtében a nanokeményiségi értékek általában magasabbak, mint a megfelelő mikrokeményiségi értékek. A réteg keménységének relatív változása a hordozó keménységéhez képest minden esetben egyértelműen az anodizált rétegek erősödését jelzi. Mivel az alapmechanizmus nem jól ismert, további vizsgálatok szükségesek az anodizált réteg keménységi változásának tisztázására. Figyelembe véve a rétegek képződés folyamatát, amely az aljzaton a szilárd oxid képződését és feloldódását, majd a porózus szerkezetet kifelé mutatja, vélhetően a nagyobb porozitás (kisebb anyagsűrűség) alacsonyabb keménységet eredményezhet a réteg külső oldalán. A két mérési módszer kombinációjának másik előnye a mikrostruktúra azonnali vizsgálata a benyomódási minta alatt. A 9. ábra a 7. ábrán bemutatott,  $6\text{ A/dm}^2$ -rel anodizált minta benyomódási görbének megfelelő mintázatokat mutatja (lásd a kék és piros görbét). A nagyobb (9a. ábra) a szubsztrátumot jellemzi, a kisebb esetére (9b. ábra) pedig alig látható bemélyedést kaptunk a réteg közepe közelében. Ennek a Berkovich-mintának a kontúrja a jobb oldali képen látható (9c. ábra). Az is látható, hogy a nagyobb keménység szerint a rétegen megfigyelhető mintázat mérete jóval kisebb, mint a hordozón. Továbbá nagyon érdekes látni a rostos mikrostrukturát a rétegben lévő kisminta alatt és körül. Ezek a szálak a 4. ábrán látható póruscsatornák. Meggyőződésünk, hogy a pórusos csatornákkal ellátott anodizált oxidréteg, amely kompozit anyagként működik, nagymértékben javítja az anodizált minták felületi keménységét, illetve mechanikai tulajdonságait.



**9. ábra:** Elektronmikroszkópos keresztmetszeti felvétel a benyomódási mintákról (a) a szubsztráton és (b, c) az anodizált réteg közepén

## 5. Összefoglalás

Az A356 alumíniumötvözet felületén kialakult anodizált réteg mikroszerkezetét és mechanikai tulajdonságait SEM, mikrokeménység- és in situ nanokeménységi tesztekkel vizsgáltuk. A fő eredményeket a következőképpen lehet összefoglalni:

1. Kimutattuk, hogy az anodizált A356 alumínium ötvözet felületi rétegének mikrostruktúrája jelentősen befolyásolható az alkalmazott áramsűrűség mértékével. Megfelelően nagy anodizáló áramsűrűség alkalmazása jól fejlett pórusos réteg kialakulásához vezet, amely kompozit szerkezetű filmnek tekinthető.
2. Kimutattuk, hogy a kialakult filmréteg hatékonyan erősíti az alumínium alapú hordozó felületét. Az anodizált minták keménysége hatszor nagyobb lehet, mint a kiindulási anyagé.
3. A jelen eredmények egyrészt rávilágítanak a SEM és az in situ nanoindentációs módszerek kombinációjának hasznosságára, másrészt arra utalnak, hogy a pórusos csatornákkal ellátott anodizált oxidréteg, amely kompozit anyagként működik, nem csak növeli a felületi keménységet, de javíthatja az anyag kopásállóságát is. A kapott eredmények nemcsak az alaputatásban, hanem az újrahaznosítható Al-ötvözetek gazdaságos alkalmazásában is fontosnak tekinthetők.

Hosszútávú célunk az akár végtelenszer újrahaznosítható, nagy mennyiségben rendelkezésre álló fémhulladék feldolgozása, majd annak környezetbarát módon történő felületkezeléssel járó átalakítása. Ez az elektromos járműiparban jó alternatívája lehet a sokkal nehezebb acél féktárcsáknak, hiszen csökkenthető a jármű tömege, ezáltal a károsanyag kibocsátása/fogyasztása is.

Ennek megfelelően további mechanikai (érdesség, keménység), tribológiai (kopatási) és szimulációs vizsgálatok szükségesek, melyekből bizonyosságot nyerhetünk a megoldás bevezethetőségéről.

## Köszönetnyilvánítás

A szerzők külön köszönetet mondanak Windisch Márknak és Groma Istvánnak a SEM, illetve a nanoindentációs vizsgálatokban nyújtott segítségükért. A Bay Zoltán Kft. kutatása a KIC-RADIUS projekt és a TKP2020-NKA-18 projektszámú, a Kulturális és Innovációs Minisztérium által a Nemzeti Kutatási, Fejlesztési és Innovációs Alapból, a 2020-4.1.1-TKP2020 támogatási keretből finanszírozott támogatással valósul meg. NQC kutatását a 2021-1.2.5-TÉT-IPARI-RU-2021-00001 számú magyar-oroszi kutatási program (TÉT) finanszírozta.

## Irodalomjegyzék

- [1] Zhu, B.: On the Influence of Si on Anodising and Mechanical Properties of Cast Aluminium Alloys. Ph.D. Thesis, Jönköping University, Jönköping, Sweden, 2017.
- [2] Whelan, M., Barton, K., Cassidy, J., Colreavy, J., Duffy, B.: Corrosion inhibitors for anodised aluminium. Surf. Coat. Technol. 2013, 227, 75–83.
- [3] Roshani, M., Rouhaghdam, A.S., Aliofkhaezei, M., Astaraee,

A.H.: Optimization of mechanical properties for pulsed anodizing of aluminum. Surf. Coat. Technol. 2017, 310, 17–24.

- [4] Liu, S., Tian, J., Zhang, W.: Fabrication and application of nanoporous anodic aluminum oxide: A review. Nanotechnology 2021, 32, 222001.
- [5] Grubbs, C.A.: Anodizing of aluminum. Metal Finish. 1999, 97, 476–493.
- [6] Kwolek, P.: Hard anodic coatings on aluminum alloys. Adv. Manuf. Sci. Technol. 2017, 41, 35–46.
- [7] Sheasby, P.G., Pinner, R., Wernick, S.: The Surface Treatment and Finishing of Aluminium and Its Alloys, ASM international: Materials Park, OH, USA, 2001, Volume 1, p. 231.
- [8] Liu, S., Tian, J., Zhang, W.: Fabrication and application of nanoporous anodic aluminum oxide: A review. Nanotechnology 2021, 32, 222001.
- [9] Bensalah, W., Feki, M., Wery, M., Ayedi, H.F.: Thick and dense anodic oxide layers formed on aluminum in sulphuric acid bath. J. Mater. Sci. Technol. 2010, 26, 113–118.
- [10] Bensalah, W., Elleuch, K., Feki, M., Wery, M., Ayedi, H.F.: Optimization of anodic layer properties on aluminium in mixed oxalic/sulphuric acid bath using statistical experimental methods. Surf. Coat. Technol. 2007, 201, 7855–7864.
- [11] Yokoyama, K.: Anodic oxidation of aluminum utilizing current recovery effect. J. Met. Finish. Soc. Jpn. 1977, 28, 314–318.
- [12] Aerts, T., Dimogerontakis, T., De Graeve, I., Fransaeer, J., Terryn, H.: Influence of the anodizing temperature on the porosity and the mechanical properties of the porous anodic oxide film. Surf. Coat. Technol. 2007, 201, 7310–7317.
- [13] Gabe, D.R.: Hard Anodizing—What do we mean by hard? Metal Finish. 2002, 100, 52–58.
- [14] Csokán P.: Az alumínium elektrokémiai felületkezelése. Műszaki Kiadó. 1975
- [15] Ispánovity P.D., Ugi D., Péterffy G., Knapék, M., Kalácska S., Tüzes D., Groma I.: Dislocation avalanches are like earthquakes on the micron scale. Nat. Commun. 2022, 13, 1–10.
- [16] Kalácska S., Dankházi Z., Zilahi G., Maeder, X., Michler, J., Ispánovity P.D., Groma I.: Investigation of geometrically necessary dislocation structures in compressed Cu micropillars by 3-dimensional HR-EBS. Mater. Sci. Eng. A 2020, 770, 138499.
- [17] Gecu, R., Karaaslan, A.: Relationship between nanoindentation and wear properties of stainless steel-reinforced aluminium matrix composite. Tribol. Lett. 2017, 65, 164.
- [18] Vencel, A., Bobic, I., Arostegui, S., Bobic, B., Marinković, A., Babić, M.: Structural, mechanical and tribological properties of A356 aluminium alloy reinforced with Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SiC and SiC+ graphite particles. J. Alloy. Compd. 2010, 506, 631–639.
- [19] Pharr, G.M., Oliver, W.C., Brotzen, F.R.: On the generality of the relationship among contact stiffness, contact area, and elastic modulus during indentation. J. Mater. Res. 1992, 7, 613–617. Coatings 2022, 12, 1528 13 of 13
- [20] Oliver, W.C., Pharr, G.M.: An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. J. Mater. Res. 1992, 7, 1564–1583.
- [21] Hektor, L.G., Schmid, S.R.: Simulation of asperity plowing in an atomic force microscope Part 1: Experimental and theoretical methods. Wear 1998, 215, 247–256.
- [22] Schmid, S.R., Hektor, L.G.: Simulation of asperity plowing in an atomic force microscope. Part II: Plowing of aluminum alloys. Wear 1998, 215, 257–266.
- [23] Chinh N.Q., Gubicza J., Kovács Z., Lendvai J.: Depth-sensing indentation tests in studying plastic instabilities. J. Mater. Res. 2004, 19, 31–45.