

# MODIFICAZIONE SUPERFICIALE MEDIANTE PEO (PLASMA ELECTROLYTIC OXIDATION) DEL COMPOSITO AA 2618/20 % $Al_2O_{3P}$ : COMPORTAMENTO TRIBOLOGICO IN CONDIZIONI DI STRISCIAMENTO NON LUBRIFICATO

L. Ceschini, C. Martini, G. Sambogna, F. Tarterini

*L'ossidazione elettrolitica in plasma (Plasma Electrolytic Oxidation, PEO) è un trattamento superficiale di conversione recentemente sviluppato per le leghe leggere, che permette di ottenere uno strato ossidato con bassi livelli di porosità ed eccellente adesione interfacciale. In questo modo, si ottiene uno strato che può agire da barriera termica e che migliora la resistenza ad usura e a corrosione dei componenti trattati. I trattamenti PEO potrebbero quindi essere applicati vantaggiosamente non solo alle leghe leggere, ma anche a compositi a matrice in lega leggera, in modo da estenderne ulteriormente il campo di applicazione. In particolare, i materiali compositi a matrice di alluminio trovano impiego nel settore automobilistico per componenti quali bielle, pistoni, dischi per freno, dove le proprietà tribologiche sono di fondamentale importanza. Nel presente lavoro è stato quindi valutato l'effetto del trattamento PEO sul comportamento tribologico del composito AA2618/20% vol.  $Al_2O_{3P}$ , effettuando prove di strisciamento a secco, in contatto pattino su cilindro, contro acciaio UNI C55 temprato a induzione, sotto carichi applicati compresi tra 10 e 50 N, con velocità di strisciamento di 0.6 e 1.8 m/s, per una distanza di strisciamento di 10 km. I risultati ottenuti sono stati confrontati con quelli relativi al composito non rivestito e hanno permesso di evidenziare un effetto molto positivo del trattamento PEO, che ha portato ad un sensibile miglioramento della resistenza ad usura del composito, in particolare ad alti carichi e alte velocità.*

**PAROLE CHIAVE:** mat. compositi, ossidazione, tratt. superficiali, caratterizz. materiali, tribologia

## INTRODUZIONE

I compositi a matrice in lega di alluminio e rinforzo particellare ceramico, essendo caratterizzati da combinazioni particolarmente favorevoli di rigidità e resistenza specifica, stabilità termica e resistenza ad usura, consentono di ampliare i campi di applicazione delle rispettive leghe non rinforzate, a costi non troppo elevati [1-2]. Per tali ragioni sono stati considerati quali potenziali candidati per diverse applicazioni, soprattutto nel settore dei trasporti, quali pistoni, camicie dei cilindri e dischi freno. In relazione a tali componenti, risulta di particolare interesse lo stu-

dio del comportamento tribologico e sono stati, infatti, condotti diversi studi sulla loro resistenza ad usura, sia in condizioni di usura per strisciamento che abrasiva [1-4]. Si è evidenziato come i compositi a matrice in lega di Al rinforzati con particelle ceramiche, siano caratterizzati da un sostanziale miglioramento della resistenza ad usura, rispetto alle leghe non rinforzate, per la capacità del rinforzo di supportare i carichi applicati, limitando il danneggiamento della matrice. E' stata tuttavia evidenziata la presenza di valori critici di carico e/o velocità di strisciamento, in corrispondenza dei quali si assiste ad una transizione verso un regime di usura severa, conseguente a frammentazione ed avulsione del rinforzo ceramico, che portano alla formazione di un "terzo corpo" [5] particolarmente abrasivo. In tali condizioni, il composito può presentare tassi di usura anche superiori a quelli delle corrispondenti leghe non rinforzate. Recentemente sono stati condotti vari studi sul trattamento di ossidazione elettrolitica al plasma (plasma electrolytic oxida-

L. Ceschini, C. Martini, G. Sambogna, F. Tarterini  
Dipartimento di Scienza dei Metalli,  
Elettrochimica e Tecniche Chimiche  
Università di Bologna - V.le Risorgimento 4, Bologna

Cu	Mg	Si	Fe	Ni	Ti	Al
2.36	1.85	0.20	1.07	1.05	0.07	Resto

Tab. 1

**Composizione chimica ( % in peso) della matrice del composito AA2618/20 % Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>p.**

*Chemical composition (weight %) of the aluminium alloy matrix of the AA2618/20vol.% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>p composite.*

tion, PEO), applicato a leghe di alluminio, titanio e magnesio [6]. Il PEO, indicato anche con l'acronimo MAO (Micro-Arc Oxidation), consiste in un trattamento di conversione mediante ossidazione anodica, effettuato a bassa temperatura (T<60 °C), in un elettrolita costituito da una soluzione acquosa alcalina diluita. Tale processo si differenzia dall'ossidazione anodica convenzionale, poiché coinvolge la modificazione del film di ossido in crescita, mediante l'applicazione di un campo elettrico alternato a bassa frequenza (circa 50 Hz) [6,7]. In queste condizioni si crea una successione di micro-scariche ad arco sul componente trattato (durata 0.25÷3.5 ms; volume coinvolto <0.03 mm<sup>3</sup> secondo stime presentate in [8] nel caso di Al): le temperature raggiunte localmente danno luogo alla densificazione dello strato in via di formazione e il successivo raffreddamento rapido contribuisce a modificare lo strato prodotto, il quale sarà costituito da una combinazione di fasi amorfe e (nano)cristalline. La struttura degli strati di conversione, prodotti mediante PEO, consiste in una successione di strati, cui competono proprietà differenti: (i) strato esterno o "tecnologico" (pari al 20÷30% dello spessore totale) caratterizzato da un'elevata rugosità e di natura porosa, tale da poter eventualmente svolgere funzione di trattenimento del lubrificante; (ii) strato funzionale, che mostra i valori più elevati di durezza, in virtù della sua struttura densa e compatta [6].

L'effettuazione di un trattamento PEO consente, quindi, di ottenere strati ossidati con spessori (fino a circa 100 μm) superiori a quelli ottenibili con ossidazione anodica convenzionale, rispetto alla quale presenta anche il vantaggio di produrre strati di conversione relativamente uniformi, anche su geometrie complesse. Inoltre, i costi del trattamento PEO sono comparabili con quelli dell'ossidazione anodica, con il vantaggio addizionale del basso impatto ambientale. La bassa temperatura di lavoro, inoltre, permette di estendere l'applicazione anche a substrati termosensibili, come le leghe di alluminio.

Diversi studi dimostrano che l'applicazione di questo tipo di trattamenti alle leghe di alluminio conduce ad un miglioramento delle loro prestazioni tribologiche e di resistenza alla corrosione [9]. Potrebbe quindi essere interessante valutare gli effetti di un trattamento PEO anche sui materiali compositi a matrice in lega di alluminio e rinforzo particellare ceramico, al fine di ampliare i campi di applicazione tribologica degli stessi, in termini di carichi applicati e di velocità di strisciamento. Al momento sono disponibili pochi studi sugli effetti dei trattamenti di ossidazione al plasma [10,11] sul comportamento tribologico di tali materiali. Obiettivo di questa ricerca è stato, pertanto, lo studio degli effetti del trattamento PEO sulla microstruttura e sulla resistenza ad usura di un composito a matrice in lega di alluminio 2618, rinforzato con particelle di Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, in condizioni di strisciamento contro un acciaio UNI C55 temprato a induzione.

## PROCEDURA SPERIMENTALE

### Materiale

La sperimentazione descritta in questo lavoro è stata condotta sul composito AA2618/20%vol.Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>p, trattato mediante PEO e

per confronto sul materiale non trattato (di seguito indicati con la sigla CMM e CMM+PEO, rispettivamente). In Tab. 1 è riportata la composizione chimica della matrice del composito, prodotto da Duralcan mediante Compocasting, fornito allo stato di getto e quindi trattato termicamente T6 (solubilizzazione a 530 °C per 2 ore, tempra in acqua, seguita da invecchiamento a 195 °C per 20 ore), fino ad una durezza Brinell pari a 135±11.

Il trattamento PEO è stato effettuato da Keronite Ltd (Cambridge, UK) nelle seguenti condizioni:

- Corrente alternata, frequenza = 50 Hz
- Densità di corrente costante, pari a 20 A dm<sup>-2</sup>
- Tempo di trattamento: 50 minuti circa
- Soluzione elettrolitica con Na<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>, SiAl<sub>2</sub> e altri additivi, mantenuta a 45 °C.

### Caratterizzazione microstrutturale e tribologica

La caratterizzazione del materiale è stata effettuata mediante analisi metallografica con microscopio ottico (MO) ed analisi d'immagine, microscopio elettronico a scansione (SEM) dotato di microsonda a dispersione di energia (EDS). Le fasi presenti nello strato di conversione sono state identificate mediante diffrattometria di raggi X (XRD), con geometria di Bragg-Brentano (radiazione Cu Kα). Lo spessore del trattamento PEO sul composito e le caratteristiche dell'interfaccia substrato/rivestimento, sono stati valutati sia in sezione trasversale, su campioni preparati metallograficamente mediante inglobamento (preceduto da deposizione di uno strato protettivo di resina cianoacrilica di circa 20 μm), sia in sezione di frattura. L'effetto del trattamento PEO sul comportamento tribologico del composito della sperimentazione è stato valutato mediante prove di strisciamento, in assenza nominale di lubrificazione, condotte su un tribometro "pattino-su-cilindro" [12], che consente l'acquisizione continua, in funzione della distanza di strisciamento, della forza d'attrito, mediante una cella di carico a flessione, e dell'usura di sistema (pattino fisso+cilindro rotante), mediante un trasduttore di spostamento. Al termine delle prove, la profondità delle piste di usura è stata valutata mediante un rugosimetro a stilo (raggio di curvatura: 5 μm). Le prove sono state condotte in atmosfera di laboratorio (18÷24 °C; umidità relativa 40÷60%), con carichi applicati compresi tra 10 e 50 N, velocità di strisciamento di 0.6 e 1.8 m/s e per una distanza di strisciamento di 10 km. I pattini stazionari (5x5x70 mm) sono stati realizzati sia con il CMM non trattato, che sottoposto a PEO. Per il cilindro antagonista (diametro: 40 mm) si è utilizzato l'acciaio UNI C55, temprato a induzione (spessore di indurimento pari a circa 400 μm, durezza 650 HV1, rugosità Ra=0.15 μm). Sia il cilindro che i pattini sono stati caratterizzati, prima delle prove tribologiche, mediante profilometria a stilo e misure sclerometriche (durezza Brinell nel CMM; microdurezza Vickers HV<sub>0.1</sub> del sistema rivestito CMM+PEO). Per una valutazione più completa delle proprietà meccaniche dello strato PEO, sono state compiute anche misure di nanoindentazione sulla superficie del CMM+PEO, dopo aver asportato lo strato più esterno poroso (indentatore Berkovich, carico di picco 500 mN raggiunto in 100 s e scaricato senza permanenza, acquisizione di 20 curve carico-scarico con impronte a distanza

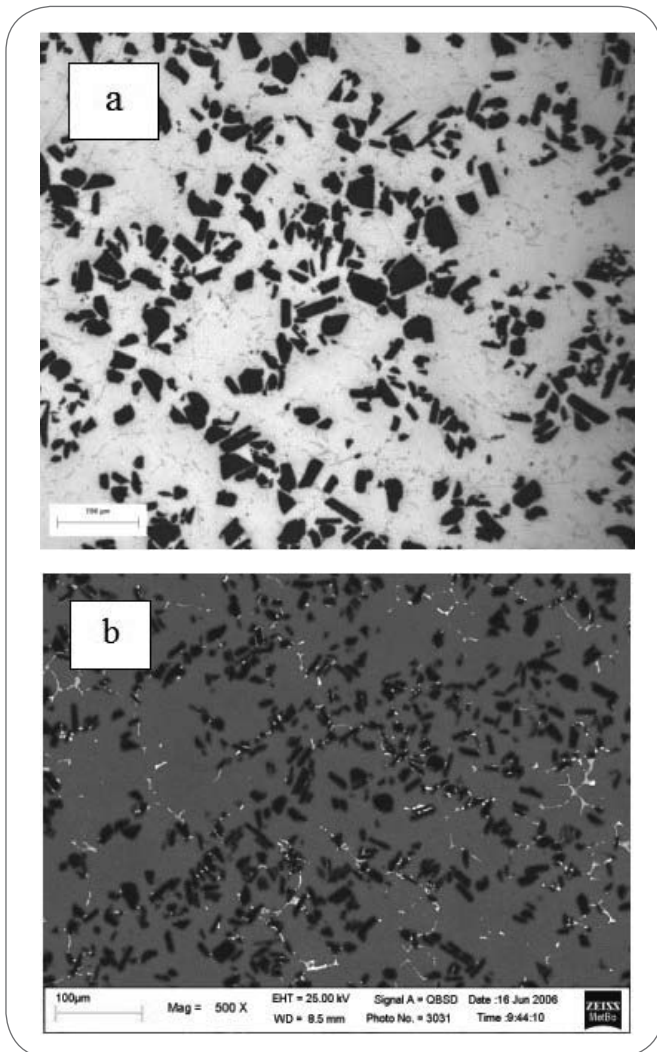


Fig. 1

**Microstruttura del CMM AA2618/20 %  $Al_2O_{3p}$** : immagine al microscopio ottico (a) e in elettroni retrodiffusi (SEM-BSE) che mostra i precipitati a bordo grano (aree chiare) (b).

Microstructure of the AA2618/20vol.%  $Al_2O_{3p}$  composite: optical micrograph (a) and BSE-SEM images showing the precipitates at grain boundaries (light grey areas) (b).

di 50  $\mu m$  le une dalle altre). Lo studio dei meccanismi di usura è stato condotto mediante analisi morfologiche e compositive di piste e detriti di usura, compiute mediante stereomicroscopia, SEM e microanalisi EDS.

## RISULTATI E DISCUSSIONE

### Materiale

Poiché lo strato che si forma durante l'ossidazione elettrolitica al plasma (PEO) deriva dal materiale del substrato e, conseguentemente, la microstruttura e la composizione di quest'ultimo possono influenzare le proprietà e la morfologia dello stesso, sono state verificate le caratteristiche microstrutturali del CMM prima del trattamento. In Fig. 1 sono riportate micrografie OM (a) e SEM (b) caratteristiche del composito della sperimentazione, che evidenziano una distribuzione abbastanza omogenea del

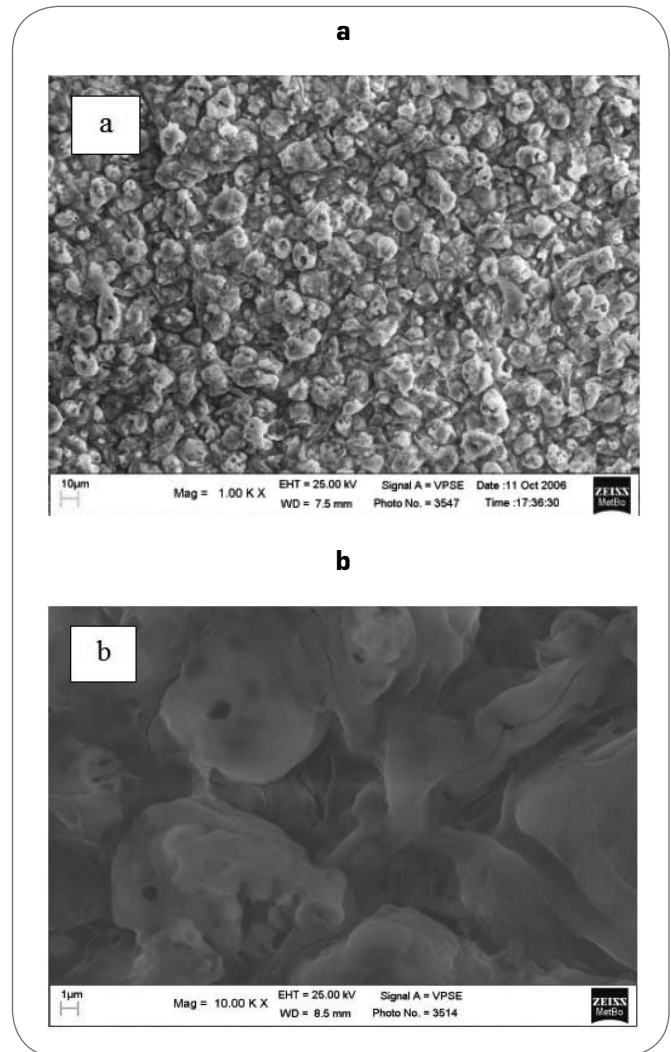


Fig. 2

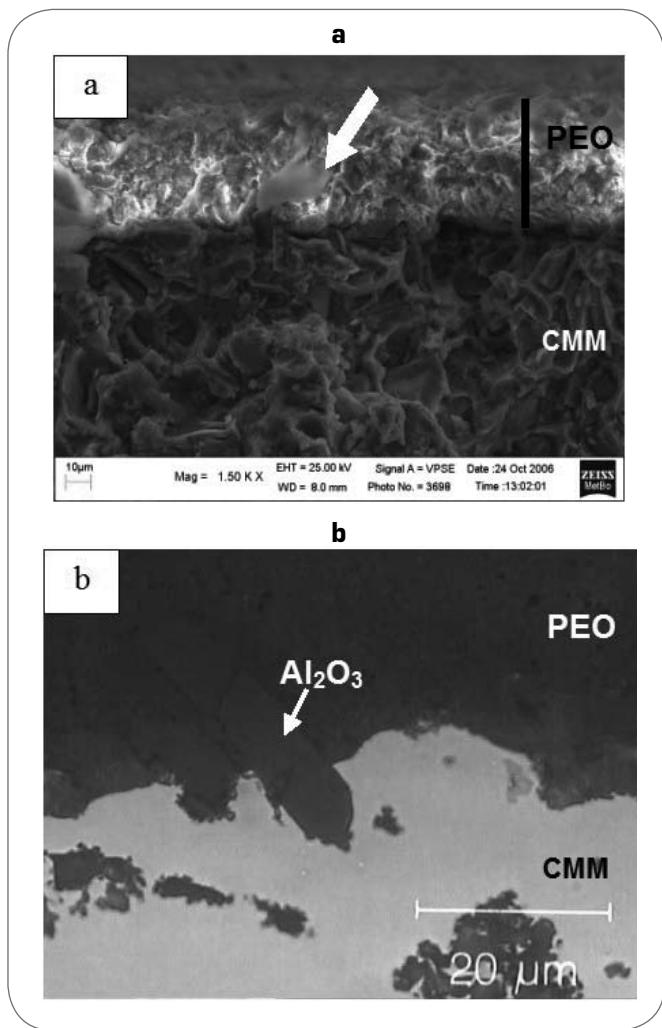
**Immagini SEM dello strato PEO sul composito, che evidenziano la tipica morfologia con crateri e bolle di materiale proiettato durante la solidificazione dello strato di ossidazione elettrolitica al plasma.**

SEM images of the PEO layer on the surface of the composite, showing the typical morphology with craters and bubbles of ejected material.

rinforzo (Fig.1-a), con presenza di zone di addensamento delle particelle, tipiche di un CMM allo stato di getto.

La percentuale di rinforzo è stata controllata mediante analisi d'immagine, con software Image Pro-Plus; il contenuto volumetrico di particelle di  $Al_2O_3$  è risultato compreso fra il 19 e il 21%, quindi in linea con i dati dichiarati dal produttore (20% in vol.). Adottando quale dimensione caratteristica del rinforzo l'asse maggiore dell'ellisse equivalente associata alle particelle, la maggior parte di esse ha presentato dimensioni comprese tra 10 e 20  $\mu m$ , anche se si sono rilevate particelle con dimensioni fino a 30-40  $\mu m$ . L'immagine SEM in elettroni retrodiffusi di Fig.1-b mostra la presenza, soprattutto a bordo grano della matrice (avente diametro medio di circa 115  $\mu m$ ) e all'interfaccia particella/matrice, di precipitati prevalentemente a base Al, Cu e Mg, ed alcuni a base Fe.

L'analisi XRD ha mostrato che l'effettuazione del trattamento

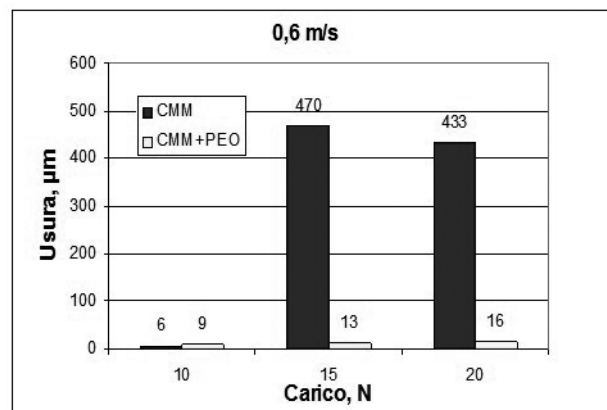


▲ Fig. 3

**Immagine SEM della sezione di frattura del CMM+PEO (a) e micrografia ottica in sezione trasversale dello stesso (b): notare le particelle di rinforzo, indicate dalla freccia bianca, che attraversano l'interfaccia substrato/rivestimento, contribuendo a migliorare l'ancoraggio dello strato di conversione.**  
SEM image of the fracture section (a) and cross section optical micrograph (b) of the PEO-treated composite: reinforcing particles (indicated by the white arrow) located across the coating/substrate interface, improving the adhesion of the conversion layer.

PEO sul CMM ha prodotto uno strato costituito principalmente da  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  e da  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ , oltre che da una componente amorfa, tipica dei trattamenti PEO, e da fasi dovute all'interazione con l'elettrolita.

In Fig.2 (a-b) sono riportate micrografie SEM dello strato PEO sul composito, con la tipica morfologia a crateri e bolle, generata dalle modalità di crescita dello strato ossidato in condizioni di scarica ad arco localizzata e ripetuta [13]. Coerentemente con le morfologie osservate, l'effettuazione del trattamento PEO dà luogo ad un apprezzabile incremento della rugosità ( $R_a$  passa da 1.5 a 2.1  $\mu\text{m}$ ) del CMM. L'analisi EDS della superficie ha confermato la presenza, nello strato più esterno della superficie trattata, di composti contenenti K, P, Si e Ca, formati a causa dell'interazione col bagno elettrolitico.



▲ Fig. 4

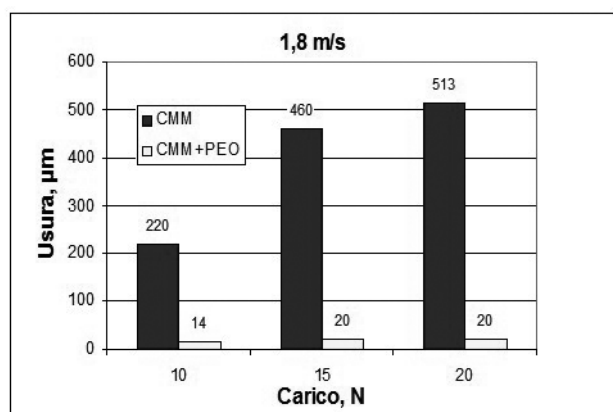
**Profondità massima delle piste di usura rilevate sui pattini stazionari, al termine delle prove (10 km), in funzione del carico e della velocità di strisciamento: composito tal quale (CMM) e composito sottoposto ad ossidazione elettrolitica al plasma (CMM+PEO).**  
Maximum wear scar depth, measured on the sliders at the end of the dry sliding tests (10 km), as a function of applied load and sliding speed: untreated composite (labelled CMM) and PEO-treated composite (labelled CMM+PEO).

L'immagine SEM della sezione di frattura del CMM+PEO, in Fig. 3-a, mostra l'uniformità dello spessore dello strato PEO (valutato mediante analisi di immagine in  $30 \pm 5 \mu\text{m}$ ) e permette anche di apprezzare l'ottima adesione dello strato di conversione al substrato, data l'assenza di punti di distacco all'interfaccia. La sezione di frattura mostra, inoltre, l'aumento di compattezza che si manifesta nella zona più interna del rivestimento, dove il ripetersi degli eventi di scarica favorisce la densificazione dello strato [6]. Dalla micrografia ottica in Fig.3-b si nota come le particelle di rinforzo siano incorporate nello strato in via di formazione, poiché il trattamento PEO consiste nella conversione chimica del substrato: in particolare, si possono notare particelle di rinforzo ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) che attraversano l'interfaccia substrato/rivestimento, contribuendo a migliorare l'ancoraggio dello strato di conversione.

L'effettuazione del trattamento PEO dà luogo ad un apprezzabile incremento della durezza superficiale (che passa da 141 HB a 1100  $\text{HV}_{0.1}$ ) del CMM. Le misure di nanoindentazione (elaborate secondo il modello di Oliver e Pharr [14] impiegando un valore del modulo di Poisson  $\nu = 0.22$ ) effettuate dopo rimozione dello strato "tecnologico", mostrano inoltre che lo strato PEO ha una durezza intrinseca di  $8.1 \pm 1.5 \text{ GPa}$  e un modulo elastico di  $170 \pm 15 \text{ GPa}$ .

### Comportamento tribologico

L'esecuzione delle prove tribologiche, in configurazione pattino-su-cilindro, ha consentito di apprezzare l'effetto positivo del trattamento di ossidazione elettrolitica al plasma sulla resistenza ad usura da strisciamento del composito oggetto della sperimentazione. I risultati sono schematizzati negli istogrammi di Fig. 4, che riportano le profondità massime delle piste di usura, rilevate mediante profilometria a stilo, sia sui pattini in CMM+PEO che sul CMM non trattato, in funzione delle condizioni di prova.



Risulta evidente come il trattamento conduca a un significativo miglioramento della resistenza ad usura del composito, soprattutto all'aumentare di carico e velocità di strisciamento. Un tale risultato è da attribuire, da un lato, all'incremento di durezza superficiale indotto dal trattamento di conversione, dall'altro alla buona adesione dello strato PEO al substrato, che conferisce stabilmente ad esso un'elevata capacità di supportare i carichi. Il composito non trattato ha presentato un regime di usura moderata tribossidativa solo al carico più basso (10 N) e alla minore velocità di strisciamento (0,6 m/s) considerate nella sperimentazione; un aumento sia di carico che di velocità ha invece con-

Fig. 6

**Andamenti del coefficiente d'attrito e dell'usura di sistema, in funzione del percorso di strisciamento, per il composito non trattato, in regime di usura moderata (carico 10 N, velocità 0,6 m/s) (a) e di usura severa (carico 20 N, velocità 1,8 m/s) (b).**  
 Coefficient of friction and system wear (slider + cylinder) as a function of sliding distance for the untreated composite, in mild wear regime (applied load 10 N, sliding speed 0,6 m/s) (a) and in severe wear regime (applied load 20 N, sliding speed 1,8 m/s) (b).

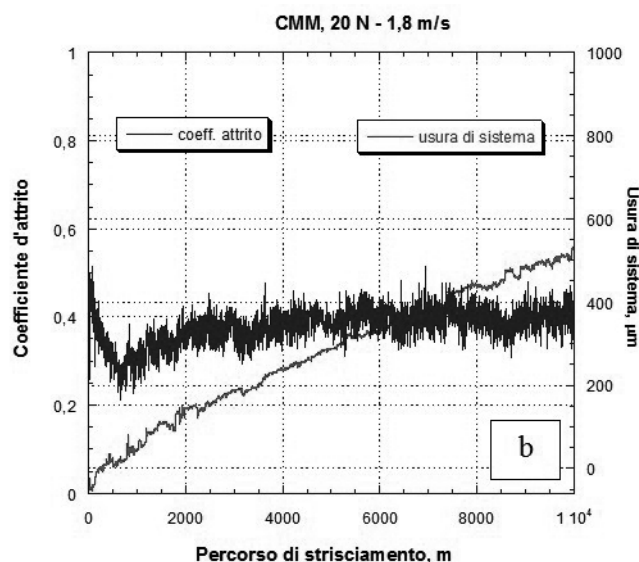
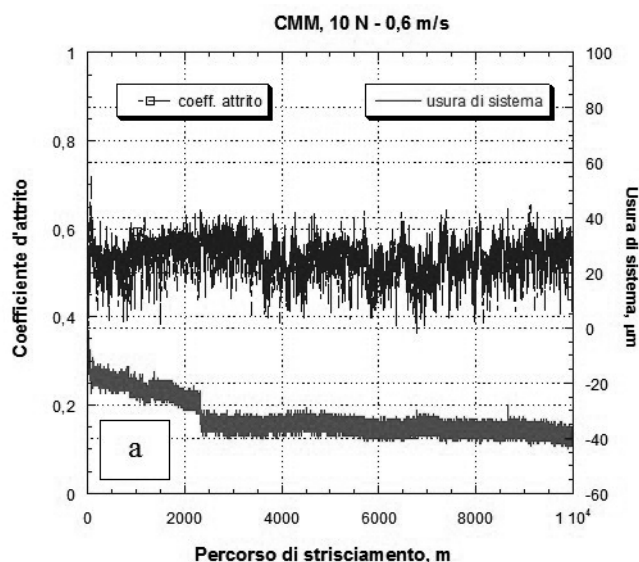
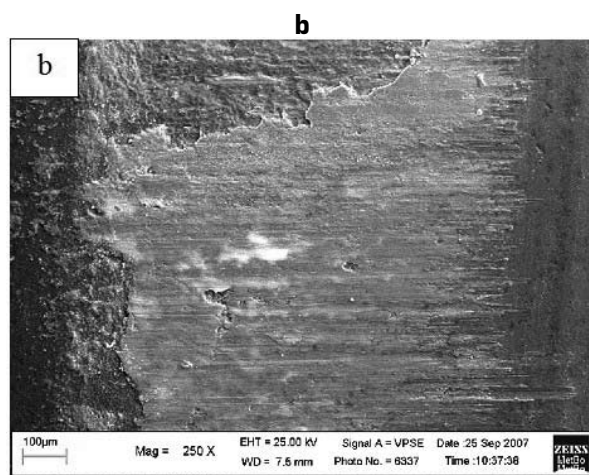
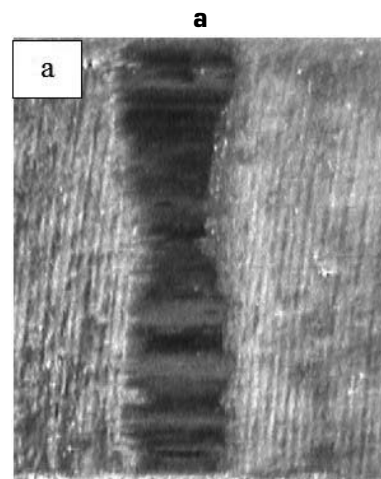
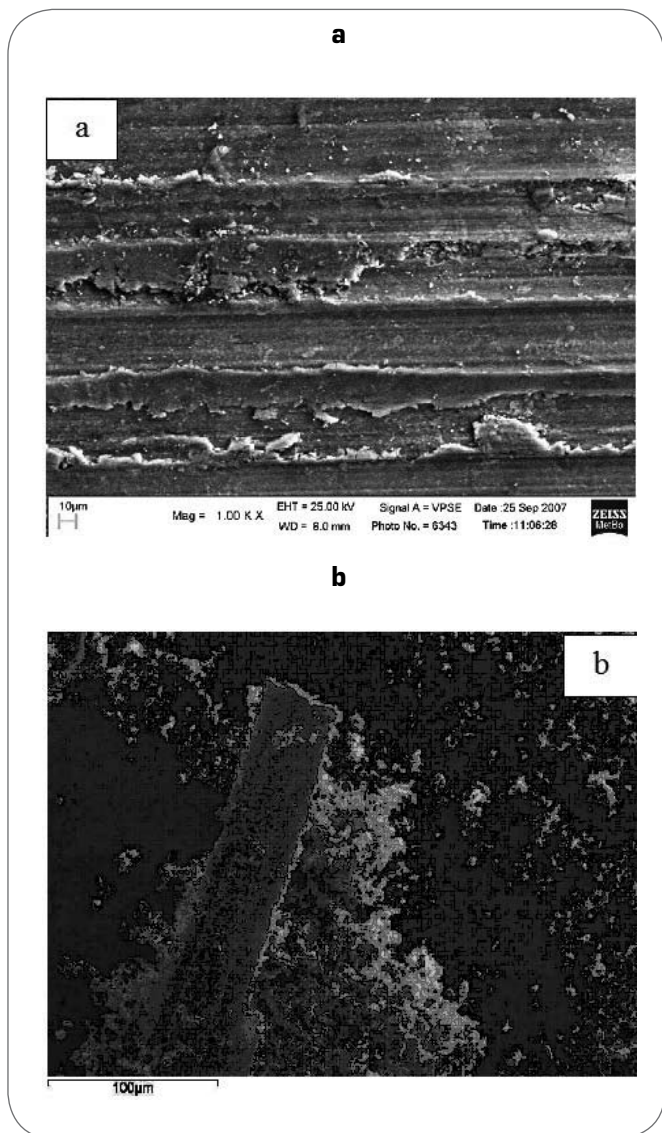


Fig. 5

**Micrografie stereo (a) e SEM (b) del CMM non trattato, in regime di usura moderata tribossidativa.**  
 Stereomicroscope (a) and SEM (b) images of the wear scars on the untreated composite, in mild tribo-oxidative wear regime.



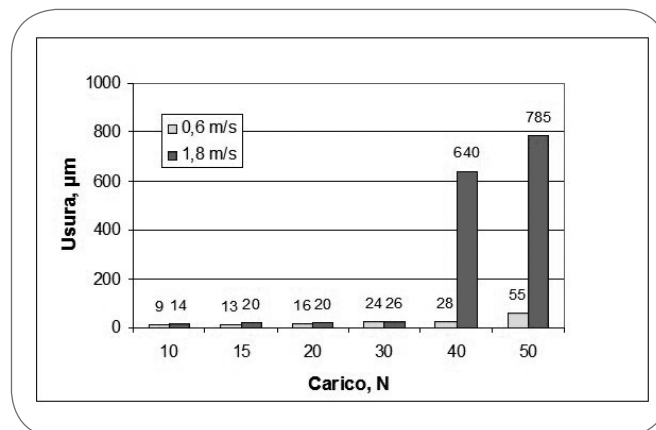


**Fig. 7** *Micrografie SEM di pista (a) e detriti (b) di usura del CMM non trattato, in regime di usura severa per delaminazione.*

*SEM images of wear scars (a) and debris (b) of the untreated composite, in severe delamination wear regime.*

dotto ad una transizione verso un regime di usura severa, per delaminazione, di entità crescente con la severità delle condizioni di prova.

In regime di usura moderata, le particelle di rinforzo del composito, da un lato supportano i carichi applicati, limitando l'usura della matrice di alluminio, dall'altro esercitano un'azione di microabrasione nei confronti del cilindro antagonista in acciaio. Questo conduce alla formazione di detriti ferrosi che, nel corso del contatto di strisciamento, restando interposti tra le superfici a contatto, si ossidano e si trasferiscono continuamente sulle stesse, producendo uno strato compatto di ossidi di Fe, evidente nelle micrografie stereo e SEM delle piste di usura di Fig.5 (a e b), tipiche di un regime di usura tribossidativa. Il grafico di Fig.6-a mostra, per tale regime, andamenti caratteristici del coefficiente d'attrito e dell'usura di sistema



**Fig. 8** *Profondità massima delle piste di usura rilevate sul composito trattato PEO, al termine delle prove (10 km), in funzione del carico e della velocità di strisciamento.*

*Maximum depth of the wear scars on the PEO-treated composite, measured at the end of the dry sliding tests (10 km), as a function of applied load and sliding speed.*

(pattino+cilindro), in funzione del percorso di strisciamento (condizioni di prova: 10 N, 0.6 m/s). Si può notare che il coefficiente di attrito raggiunga un valore stazionario di circa 0.55, conseguente alla presenza dello strato compatto di ossidi di Fe interposti, mentre l'usura di sistema assume un valore negativo, conseguente al fatto che l'interposizione dello strato di ossidi conduce ad uno spostamento positivo del trasduttore di spostamento.

All'aumentare del carico applicato, le particelle di rinforzo, parzialmente fratturate ed avulse dalla matrice metallica, perdono la loro capacità di limitare l'usura del CMM e vanno a formare un "terzo corpo" [5] particolarmente abrasivo, che conduce ad un incremento considerevole del danneggiamento per usura sia del CMM, che del cilindro antagonista. In tali condizioni si assiste ad una transizione verso un regime di usura severa per delaminazione, con una componente aggiuntiva di abrasione esercitata dai detriti di usura, evidente dalla morfologia delle piste (Fig.7-a) e dei frammenti di usura (Fig.7-b).

Le prove effettuate aumentando la velocità di strisciamento fino a 1.8 m/s, hanno condotto ad un regime di usura severa già al carico più basso della sperimentazione (10 N), come evidente dai dati di Fig.4-b. Un aumento della velocità di strisciamento conduce, infatti, ad un aumento del calore dissipato per attrito [15], con conseguente riduzione della resistenza al flusso plastico del materiale, di entità crescente all'aumentare dei carichi applicati. Questo comporta, da un lato, tassi di usura più elevati, dall'altro, una riduzione del coefficiente d'attrito, fino a valori di circa 0.4, come evidente dal grafico di Fig.6-b.

Nel caso del composito trattato mediante PEO, al fine di evidenziare l'eventuale presenza di valori critici di carico e/o velocità per la transizione da usura moderata a severa, si sono aumentati i carichi applicati fino a 50 N. Dai dati di Fig.8 è evidente come il danneggiamento per usura, sia risultato sostanzialmente trascurabile e tipico di un regime tribossidativo fino a un carico di 50 N, a 0.6 m/s, e fino a 30 N, a 1.8 m/s. Il passaggio da usura moderata tribossidativa, a usura severa per delaminazione, con totale rimozione dello strato PEO, è evidente dagli andamenti del coefficiente d'attrito e dell'usura

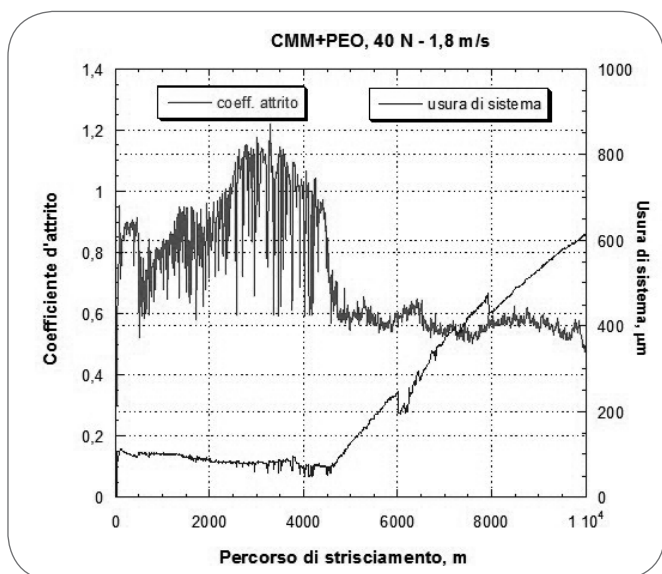


Fig. 9

**Andamenti del coefficiente d'attrito e dell'usura di sistema, in funzione del percorso di strisciamento, per il composito trattato PEO, in corrispondenza del carico critico per la transizione da regime di usura moderata a di usura severa.**

*Coefficient of friction and system wear (slider + cylinder) as a function of sliding distance for the PEO-treated composite, at the critical load for the transition from mild to severe wear regime.*

di sistema, riportati nel grafico di Fig.9. In Fig. 10 è riportata una porzione di pista di usura sul CMM+PEO, prodotta in condizioni di usura moderata triboossidativa, con strati di ossidi di Fe compattati, conseguenti all'usura dell'antagonista.

## CONCLUSIONI

Le prove di strisciamento, effettuate in assenza nominale di lubrificazione, sotto diverse condizioni di carico e di velocità di strisciamento hanno consentito di evidenziare i seguenti comportamenti.

Il CMM non modificato superficialmente ha presentato un'usura moderata triboossidativa solo a bassi carichi e a basse velocità di strisciamento (10 N - 0,6 m/s), mentre all'aumentare della severità delle condizioni di prova si è osservata una transizione verso un regime di usura severa di tipo delaminativo. Ciò è stato correlato al raggiungimento di una temperatura critica della matrice, che ha portato ad una diminuzione di resistenza al flusso plastico della stessa, oltre che da fenomeni di frammentazione ed avulsione delle particelle di rinforzo. L'applicazione del trattamento di ossidazione elettrolitica al plasma, grazie all'incremento di durezza superficiale, alla eccellente adesione al substrato e all'effetto di barriera termica, ha spostato la transizione da usura moderata ad usura severa verso condizioni di prova più gravose, sia in termini di carico che di velocità rispetto al materiale non rivestito.

## RINGRAZIAMENTI

Si ringrazia il Dr. James A. Curran della Keronite International Ltd (Cambridge, UK) per l'effettuazione del trattamento e le informazioni fornite.

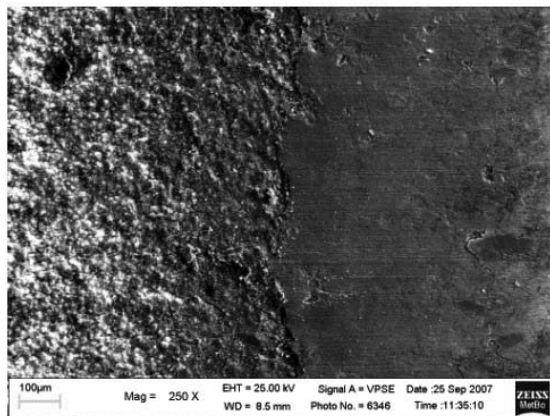


Fig. 10

**Morfologia della pista di usura (sulla destra della micrografia) sul CMM+PEO, che evidenzia lo strato compatto di ossidi di Fe conseguente all'usura dell'antagonista.**

*Morphology of the worn surfaces (on the right-hand side of the image) on the PEO-treated composite, showing the compact layer of iron oxide due to wear of the steel counter-material.*

## BIBLIOGRAFIA

- [1] F. BONOLLO, L. CESCHINI, G.L. GARAGNANI, G. PALOMBARINI, A.ZAMBON, *Materials Science and Technology* 10, 6 (1994), 481-486.
- [2] L. CESCHINI, C. BOSI, A. CASAGRANDE. G.L. GARAGNANI, *Wear* 251 (2001), 1377-1385.
- [3] L. CESCHINI, A. MORRI, G. SAMBOGNA, M.C. BRESLIN, M. FULLER, , *International Journal of Materials & Product Technology*, 17, 3/4, (2002), 165-181.
- [4] R. L. DEUIS, C. SUBRAMANIAN, J. M. YELLUP, *Wear* 201(1996) 132-144.
- [5] M. GODET, *Wear* 136 (1990) 29-45.
- [6] A.L. YEROKHIN, X. NIE, A. LEYLAND, A. MATTHEWS, S.J. DOWEY, *Surface and Coatings Technology* 122 (1999) 73-93.
- [7] A.L. YEROKHIN, A. SHATROV, V. SAMSONOV, P. SHASHKOV, A. PILKINGTON, A. LEYLAND, A. MATTHEWS, *Surface and Coatings Technology*, 199, 2-3 (2005) 150-157.
- [8] A.L. YEROKHIN, L.O. SNIZHKO, N.L. GUREVINA, A. LEYLAND, A. PILKINGTON, A.MATTHEWS, *J. Phys. D: Appl. Phys.* 36 (2003) 2110-2120.
- [9] X. NIE, E. I. MELETIS, J. C. JIANG, A. LEYLAND, A. L. YEROKHIN, A. MATTHEWS, *Surface and Coatings Technology* 1149 (2002) 245-251.
- [10] SHIHAI CUI, JIANMIN HAN, YONGPING DU, WEIJING LI, *Surface & Coatings Technology* 201 (2007) 5306-5309.
- [11] JUNG-MOO LEE, SUK-BONG KANG, JIANMIN HAN, *Wear* 264 (2008) 75-85
- [12] L. CESCHINI, G.S. DAHEN, G.L. GARAGNANI, C.MARTINI, *Wear*, 216 (1998) 229-238.
- [13] J.A. CURRAN, T.W. CLYNE, *Surface and Coatings Technology* 199 (2005) 168-176.
- [14] W. C. OLIVER, G. M. PHARR, *J. Materials Research* 7 (1992) 1564-1583.
- [15] G.STRAFFELINI, "Attrito e usura. Metodologie di progettazione e controllo", *Tecniche nuove* (2005), p.105-106.

## ABSTRACT

**SURFACE MODIFICATION BY PLASMA ELECTROLYTIC OXIDATION (PEO) OF THE AA 2618/20 %  $Al_2O_{3p}$  COMPOSITE: TRIBOLOGICAL BEHAVIOUR IN DRY SLIDING CONDITIONS**

Keywords: Metal Matrix Composites, AA2618/20% $Al_2O_{3p}$ , Plasma Electrolytic Oxidation (PEO), Tribology, Wear, Sliding

Plasma Electrolytic Oxidation (PEO) is a surface modification treatment recently developed for light alloys (Al, Ti or Mg alloys), which allows the formation of an oxidised layer with low porosity and excellent adhesion. The PEO treatment is a conversion treatment based on anodic oxidation at low temperature ( $T < 60$  °C) in a dilute aqueous electrolyte with the application of a low-frequency (typically 50 Hz) AC electric field. In these conditions, micro-arc discharge events take place on the growing oxide, thus locally increasing the temperature and contributing to the densification of the oxidised layer which, due to rapid solidification after discharge, may consist of both amorphous and nanocrystalline phases. The structure of PEO-treated surfaces typically consists of different layers: mainly an external layer (the so-called "technological layer", about 20-30% of the total thickness) with high roughness and low hardness, and a hard and dense inner layer ("functional layer"). Basically, the PEO process is able to produce a thick (up to about 100  $\mu m$ ), compact and well-adhered conversion layer with uniform thickness, which can act as a thermal barrier as well as increase the wear and corrosion resistance of engineering components. Among the advantages of PEO, also the low environmental impact of the dilute electrolyte baths is worth mentioning. Therefore, PEO might be usefully applied not only to light alloys but also to metal matrix composites based on light alloys, so as to expand the field of application for these materials. In particular, aluminium matrix composites are widely used in the automotive field for components such as pistons or brake disks, where tribological properties have a very important influence on the in-service behaviour. For these reasons, in the present work the effect of the PEO-treatment on the tribological behaviour of the aluminium-matrix composite AA2618/20%vol. $Al_2O_{3p}$  (composition of the matrix in Table 1; microstructure of the untreated composite in Fig. 1) has been evaluated by dry sliding tests (slider on cylinder contact geometry). The PEO-treated slider was tested against a rotating cylinder consisting of induction hardened UNI C55 (AISI 1055) steel (hardened layer of about 400  $\mu m$ , 650 HV1,  $R_a = 0.15$   $\mu m$ ). The applied loads ranged from 10 to 50

N, with sliding speeds of 0.6 and 1.8 m/s and a total sliding distance of 10 km. During the tests, the friction force and total wear (i.e. cumulative wear of both fixed slider and rotating cylinder) were continuously measured by means of a load cell and a linear variable displacement transducer (LVDT), respectively, and the data were recorded as a function of sliding distance. After the tests, separated values of the wear scar depth on both slider and counter material, were evaluated by means of a stylus profilometer. Worn surfaces and wear debris were observed and analysed by SEM, in order to identify the dominant wear mechanisms.

In the present work, the PEO treatment was carried out on AA2618/20%vol. $Al_2O_{3p}$  in an industrial plant (AC power supply with 50 Hz frequency amplitude modulation, constant current density of 20 A  $dm^{-2}$ , in silicate electrolyte at 45 °C). The average thickness of the oxide layer was  $30 \pm 5$   $\mu m$  and it was identified by XRD as a mixture of  $\alpha-Al_2O_3$  and  $\gamma-Al_2O_3$ , with both amorphous phases and compounds due to the interaction of the oxidised layer with the electrolyte bath. The PEO treatment induced a noticeable increase of both surface roughness, from 1.5 to 2.1  $\mu m$ , as a consequence of the typical surface morphology of the PEO coating (Fig. 2) and hardness (from 141 HB to 1100 HV<sub>0.1</sub>) of the composite substrate. Intrinsic hardness of the dense "functional" PEO layer was also evaluated after mechanical abrasion of the external layer ( $\sim 10$   $\mu m$ ) from load and indentation depth data, while the local stiffness was determined from the unloading response, using the conventional Oliver and Pharr technique: a hardness of  $8.1 \pm 1.5$  GPa and an elastic modulus of  $170 \pm 15$  GPa were measured. The oxide layer also benefited in terms of adhesion from the presence of reinforcing particles across the oxide/substrate interface (Fig. 3). The alumina particles were present at the interface due to the incorporation of the particles themselves in the layer, during the conversion of the composite into oxide.

The results of the dry sliding tests showed that the untreated composite underwent a mild tribo-oxidative wear only at the lowest applied load and sliding speed (10 N – 0.6 m/s) (Fig. 4, 5, 6a), whereas, with increasing applied load and sliding speed, a transition to severe delamination wear was observed: Fig. 4, 6b, 7). This wear transition is probably due to a decrease of the plastic flow resistance of the matrix when a critical temperature is attained, as well as to fragmentation and avulsion of the reinforcing particles.

The PEO treatment, thanks to the hardness increase, the high adhesion to the substrate and the thermal barrier effect, significantly improved the tribological behaviour of the composite by moving the wear transition towards higher values of both applied load and sliding speed (Fig. 8-10).