



<연구논문>

ISSN 1225-8024(Print)
ISSN 2288-8403(Online)

한국표면공학회지
J. Korean Inst. Surf. Eng.
Vol. 53, No. 1, 2020.

<https://doi.org/10.5695/JKISE.2020.53.1.29>

시편의 준비 방법 및 접촉저항이 알루미늄 합금의 아노다이징 피막 형성에 미치는 영향

문성모^{1,2*}

¹재료연구소 표면기술연구본부, ²과학기술연합대학원대학교 신소재공학과

Effects of Specimen Preparation Method and Contact Resistance on the Formation of Anodizing Films on Aluminum Alloys

Sungmo Moon^{1,2*}

¹Surface Technology Division, Korea Institute of Materials Science, Republic of Korea

²Advanced Materials Engineering, University of Science and Technology, Republic of Korea

(Received 22 February, 2020 ; revised 25 February, 2020 ; accepted 28 February, 2020)

Abstract

In this study, five different specimen preparation methods were introduced and their advantages and disadvantages were presented. One of them, an epoxy mounting method has advantages of constant exposure area, ease of surface preparation without touching the specimen surface during polishing or cleaning, use of small amount of material and ease of specimen reuse by polishing or etching. However, in order to eliminate unexpected errors resulting from preferable reaction at the specimen/epoxy interface and contact resistance between the specimen and copper conducting line for electrical connection, it is recommended to cover the wall side of the specimen with porous anodic oxide films and to remain the contact resistance lower than 1 ohm. The increased contact resistance between the specimen and Cu conducting line appeared to result in increases of anodizing voltage and solution temperature during anodizing by which thickness and hardness of anodizing film on Al2024 alloy were drastically decreased and color of the films became more brightened.

Keywords: Anodizing, specimen preparation method, Anodic Oxide Film, Contact resistance, Al alloy

1. 서 론

알루미늄 합금의 양극산화처리법은 1923년 부식 방지용으로 크롬산법으로 비행기 부품에 적용된 것을 시작으로 1923년에 일본에서 옥살산법이 특허 출원되었으며 현재 가장 널리 사용되고 있는 황산법은 1927년 상업화되었다 [1]. 알루미늄의 양극산화처리 기술은 현재 자동차, 항공기, 기계부품, 케이스류, 주방용품, 레저용품 및 악세사리에 이르기

까지 매우 광범위하게 이용되고 있다 [2]. 최근에는 내전압성 및 내플라즈마성이 필요한 반도체 장비부품에 아노다이징 피막과 플라즈마전해산화 피막이 적용되고 있다. 알루미늄 양극산화피막의 물성에 영향을 미치는 인자로는 용액의 종류, 농도, 온도, 유속, 인가전압, 전류 파형, 전류밀도, 저항열 및 합금 성분 등이 있다. 양극산화 피막의 형성에 미치는 다양한 인자들의 영향은 기존의 논문들에서 자세하게 다루어진바 있다 [3-9].

아노다이징 처리용 시편의 준비과정은 시편을 필요한 크기로 절단하는 공정, 표면을 균일하게 만드는 연마 공정, 시편의 원하는 부분만을 노출시키는 마스크링 공정 및 시편에 전류를 인가하기 위해 필요한 전선의 부착 공정 등을 포함한다. 양극산화처리

*Corresponding Author: Sungmo Moon

Surface Technology Division, Korea Institute of Materials Science

Tel: +82-55-280-3549 ; Fax: +82-55-280-3570

E-mail: sungmo@kims.re.kr

공정에서 시편을 정류기와 전기적으로 연결할 때, 시편과 전선의 접촉이 충분하게 일어나 접촉저항이 최소화되어야 저항열의 발생이 적고 전력소모량도 감소시킬 수 있다. 아노다이징 처리 시 제품은 일반적으로 지그 또는 래크라고 불리는 금속 부품을 사용하여 정류기와 연결되며 지그는 제품과 함께 용액 중에 담긴다. 따라서 지그의 표면에서도 전기화학 반응이 일어날 수 있으며, 지그 표면에서 소모된 전류는 제품의 표면처리에 사용되지 않기에 전력손실을 야기 시킨다. 이러한 손실을 최소화하기 위해서는 제품과 동일한 소재 또는 제품보다 저항이 더 큰 산화피막을 형성하는 소재를 사용하여 지그를 제작해야 한다. 만약 아노다이징 처리 중 지그의 표면에서 저항이 큰 산화물이 형성된다면 지그의 재사용을 위해서는 전기적 접촉을 원활하게 만들기 위하여 지그 표면에 형성된 양극산화피막을 화학적 또는 기계적으로 제거해 주어야 한다. 이러한 번거로움을 없애기 위하여 반도체성 산화피막을 형성하여 전기적 연결이 가능하면서 양극산화피막의 형성으로 전력손실이 적고 산성용액에서도 우수한 내식성을 가지는 티타늄 소재를 이용하여 지그를 만들기도 한다.

시편과 정류기를 전기적으로 연결하는 방법으로 지그를 사용하지 않고 철 소재로 만들어진 집계를 이용하거나 구리선을 시편에 직접 접촉시키는 방법이 있다. 철이나 구리소재로 만들어진 지그가 산성의 아노다이징 용액에 시편과 동시에 접촉할 경우 많은 양의 전류가 지그 표면을 통하여 흐르게 되어 전력손실이 커지므로 지그의 표면이 용액과 접촉하지 못하도록 차단해야 한다. 용액과의 접촉을 차단하는 방법으로는 테이프, 실리콘, 에폭시 또는 라커 등을 이용하여 마스킹하는 방법과 지그가 용액 속에 잠기지 않도록 하는 방법이 있다 [10-13]. 시편의 마스킹이나 지그를 이용한 전기적 연결방법들은 다양한 장단점을 가지고 있다. 따라서 아노다이징 시편의 다양한 준비방법들에 대한 특성 및 장단점을 파악하여 사용되는 용액이나 인가되는 전압의 크기에 적합한 시편의 전기적 연결방법을 선택하는 것이 실험데이터의 오류를 줄이는데 매우 중요하다.

알루미늄 합금의 아노다이징 시 지그를 사용하거나 에폭시로 마운팅한 시편을 사용할 경우 지그와 제품 또는 시편과 전선 사이의 접촉이 원활하게 되었는지를 확인해야 한다. 만약 접촉이 원활하지 않으면 접촉저항으로 인하여 저항열이 과다하게 발생하고, 이러한 열은 시편을 통하여 용액에 전달되어 피막과 산성용액의 화학반응이 촉진되어 피막의 물성을 저하시킬 것으로 예상된다. 하지만 현재까지

접촉저항에 의해 발생된 열과 피막의 퇴화현상에 대한 체계적인 연구결과는 보고된 바 없는 실정이다.

본 연구에서는 아노다이징처리용 시편의 마스킹이나 지그를 이용한 전기적 연결방법들을 포함한 다양한 시편 준비방법에 대하여 특성 및 장단점을 토의하였으며, 그 중에서 에폭시로 마운팅한 Al2024 합금 시편에 대하여 구리선과의 접촉저항이 황산용액 중에서 정전류 아노다이징 시 피막 형성전압, 용액의 온도, 피막의 색상, 두께 및 경도에 미치는 영향을 고찰하였다.

2. 실험방법

본 연구에서는 Al2024 합금을 $10 \times 70 \times 1$ 및 $20 \times 20 \times 3$ mm 크기로 절단 후 실리콘 테이프로 일부를 마스킹 한 시편과 에폭시로 마운팅한 시편을 양극산화 실험에 사용하였다. 에폭시로 마운팅된 시편은 먼저 측면을 플라즈마전해산화피막으로 코팅한 후 뒷면에 구리판을 접착테이프 (마스킹용 실리콘 테이프로 위에서 눌러 붙여서 전기적으로 연결한 후 마운팅 되었다. 시편의 측면을 플라즈마전해산화 피막으로 코팅한 이유는 시편과 에폭시가 강하게 접촉하여 틈새가 생기지 않도록 하며 동시에 틈새가 생기더라도 측면에서 전기화학반응이 집중되는 것을 방지하기 위함이다. 에폭시로 마운팅된 시편의 한쪽 면을 노출시키고 #2000 SiC paper 까지 기계적으로 연마한 후 아노다이징 실험에 사용하였다. 아노다이징 처리는 20% 황산용액에서 200 rpm의 속도로 magnetic stir를 이용하여 교반하면서 60 mA/cm^2 의 정전류 조건에서 10분 동안 행해졌다. 아노다이징 피막의 색상은 디지털카메라를 이용하여 촬영되었으며, 피막의 두께는 ISOSCOPE (Fisher)를 사용하여 측정되었다. 피막의 경도는 마이크로 비커스 경도기(Micro vickers hardness tester)를 이용하여 측정되었고, 시편과 구리선 사이의 접촉저항은 멀티미터를 이용하여 구리선과 시편을 2개의 탐침으로 눌러서 측정되었다. 아노다이징 용액의 온도는 유리로 만들어진 이중자켓 구조의 욕조에 $19 \pm 0.1^\circ\text{C}$ 의 냉각수를 순환시킴으로써 $20 \pm 0.5^\circ\text{C}$ 로 유지되었다.

3. 실험결과 및 고찰

알루미늄 합금의 아노다이징 실험에 사용되는 시편을 전기적으로 연결하면서 일정면적을 노출시키는 방법은 그림 1에 도시한 것처럼 매우 다양하다. 그 중에서 가장 흔하게 사용되는 방법은 그림 1(a)

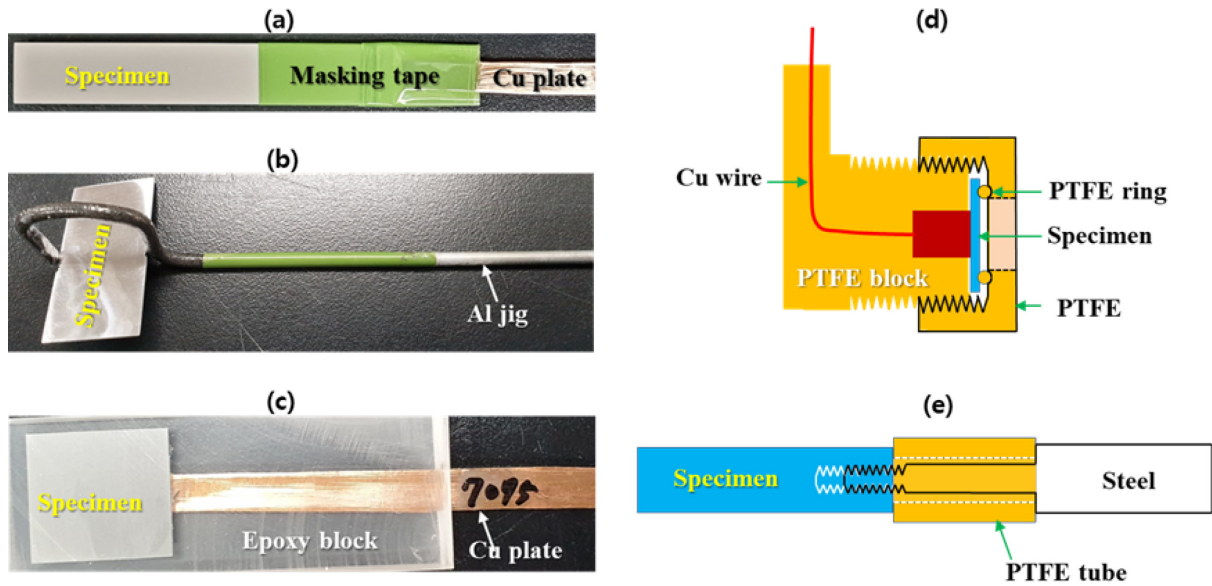


Fig. 1. Photographs and schematic representation of the specimens used for anodic oxidation experiments: (a), masked by a tape (silicone tape); (b), racked with a jig; (c), mounted in an epoxy block; (d), mechanically pressed using a PTFE screw; (e), mechanically pressed using a steel screw.

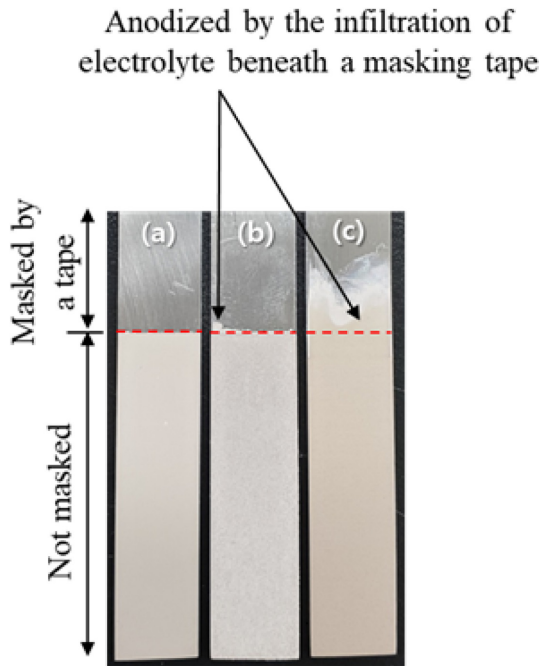


Fig. 2. Tape-masked Al specimens after anodic oxidation experiment..

와 같이 마스킹 테이프나 라커 등을 이용하여 시편의 일부분을 가리고 용액에 침지되지 않은 부위에 구리선이나 금속 집계를 이용하여 정류기와 연결하는 방법이다. 이 방법은 매 시편마다 마스킹을 해야 하는 번거로움과 용액에 따라 혹은 인가전압이 높아지면 그림 2(b)와 2(c)와 같이 마스킹 층 밑으로 용액이 침투하는 현상이 일어날 수 있는 문제점이 있을 수 있다.

아노다이징 실험에 사용되는 시편의 노출 및 전기적 연결의 두 번째 방법으로는 그림 1(b)와 같이 지그 (또는 래크)를 이용하는 방법이 있다. 지그를 이용하면 시편을 별도로 마스킹하지 않고 바로 지그에 걸어서 사용하므로 작업이 간단하고 복잡한 형상의 시편에도 적용가능한 장점이 있다. 현장에서 아노다이징 처리할 경우 대부분의 제품들은 그림 1 (a)와 1(b)의 방법을 사용하여 처리된다. 지그를 사용할 경우의 단점은 지그의 표면에서 일어나는 전기화학반응으로 인한 전류의 손실이 있고 시편에 인가된 전류밀도를 정확하게 계산하기 어렵다는 점들이다. 지그의 표면에서 일어나는 반응으로 인한 손실을 줄이기 위해서는 시편과 접촉하는 부위를 제외한 나머지 표면을 고분자 층이나 산화물로 코팅하여 전기화학 반응이 지그 표면에서 일어나는 양을 최소화시켜야 한다. 알루미늄 합금 제품의 아노다이징 시 알루미늄 소재의 지그를 사용할 경우, 사용 후 접촉면의 양극산화피막을 화학적 또는 기계적으로 제거한 후 재사용할 수 있다. 만약 제품과 지그의 합금성분이 다를 경우 지그의 표면에서 제품의 표면보다 더 저항이 높은 양극산화피막이 형성된다면 전류손실을 적어지나 반대로 지그에서 제품보다 더 저항이 낮은 피막이 형성되거나 용해 반응이 일어나는 조건일 경우 전류손실은 매우 커진다. 따라서 용액에 따라 적합한 지그의 소재를 선정하여 전류손실을 최소화시키는 것이 알루미늄 합금의 아노다이징 처리에서 매우 중요하다고 할 수 있다.

아노다이징 실험에 사용되는 시편의 세 번째 준비 방법으로는 그림 1(c)와 같이 시편을 에폭시와 같은 고분자 소재로 둘러싸고 시편의 한 면만을 노출시키는 방법이 있다. 노출된 면을 실험할 때마다 연마하여 반복적으로 사용할 수 있기 때문에 소재의 양이 많지 않을 때 유용하며, 시편을 직접 만지지 않고 준비할 수 있어서 접촉에 의한 오염을 방지할 수 있으며, 매 실험 시 동일한 표면적을 노출시키기 때문에 인가된 전류밀도를 정확하게 알 수 있다는 장점이 있다. 만약 그림 1(c)에서 시편의 측면에 양극산화피막을 형성시키지 않고 에폭시로 마운팅하면, 시편과 고분자 사이의 계면에서 틈새가 생길 수 있다. 다공성의 아노다이징 피막 또는 플라즈마전해산화 코팅층을 형성시킨 후 에폭시로 마운팅하면 소재/고분자 계면의 접촉강도가 증가하여 시편과 에폭시 사이에 생기는 틈새를 방지할 수 있다.

아노다이징 실험에 사용되는 시편의 노출 및 전기적 연결의 또 다른 방법으로는 그림 1(d) 및 1(e)와 같이 PTFE와 같은 발수성 고분자 소재를 시편에 기계적으로 압착하여 시편의 일부분만 용액에 노출되도록 하는 방법이 있다. 그림 1(d)의 방법은 시편의 크기가 제한되고, 시편과 PTFE 링 사이에 균일하고 강한 물리적 접촉이 일어나야 하는데 PTFE의 미끄러지기 쉬운 특성으로 인하여 강하게 압착하기 어려운 문제점이 있다. 반면에 그림 1(e)의 방법은 금속 표면의 나사산을 이용하므로 강한 기계적 압착이 가능하여 고전압 아노다이징에 적합하다는 장점이 있다. 하지만 그림 1(e)의 방법은 시편에 구멍을 뚫고 나사산을 만드는 공정이 추가되어 시편 준비시간이 증가하고, 또한 구멍을 뚫을 수 있는 시편의 두께가 최소 2 mm 이상 되어야 하므로 소재의 소모량이 많아지는 단점이 있다.

그림 3은 그림 1(c)와 같이 에폭시 소재로 마운팅된 Al2024 시편을 20% 황산용액에서 정전류 아노다이징 시 얻은 전압-시간 곡선들이다. 에폭시로 마운팅된 Al2024 시편 6개에 대한 전압-시간 곡선을 보면 시편 2(sp2), 시편 3(sp3) 및 시편 6(sp6)의 전압-시간 곡선은 거의 동일하게 나타난 반면, 시편 5(sp5), 시편 4(sp4)와 시편 1(sp1)은 다른 시편들과 달리 매우 높은 피막 형성전압을 나타내었다.

시편 5(sp5), 시편 4(sp4)와 시편 1(sp1)에서 높은 피막 형성전압이 나타난 것은 시편과 구리선의 접촉저항이 높기 때문으로 해석할 수 있다. 그림 3에서 10분 아노다이징 시 얻은 피막 형성전압을 시편과 구리선 사이에서 측정된 접촉저항의 함수로 그림 4에 나타내었다. 아노다이징 피막의 형성전압은 시편과 구리선의 접촉저항이 1 ohm 이하

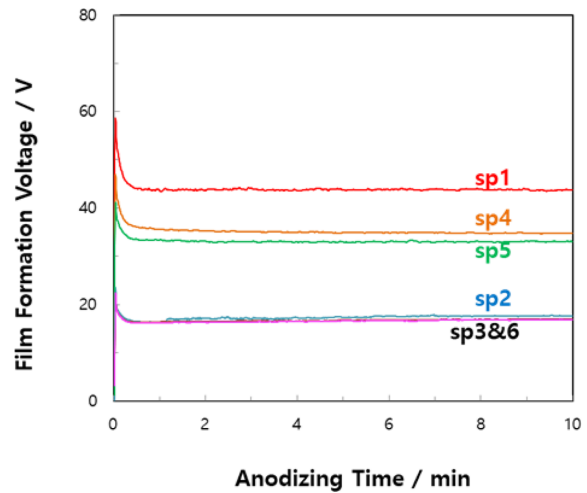


Fig. 3. Voltage-time curves during anodizing of Al2024 alloy at 60 mA/cm² and 200 rpm of magnetic stirring rate in 20% H₂SO₄ solution.

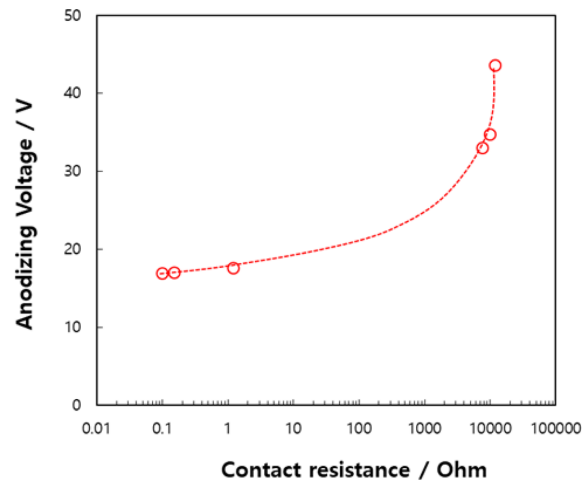


Fig. 4. Plot of anodic film formation voltage against contact resistance of Al2024 specimen with Cu plate after 10 min anodizing at 60 mA/cm², 20±0.5°C and 200 rpm of magnetic stirring rate in 20% H₂SO₄ solution.

일 경우 약 17 V를 나타낸 반면 접촉저항이 수 kohm 이상일 경우 피막 형성전압은 32.9~43.67 V로 크게 증가하였다. 시편과 구리선의 접촉저항이 수 kohm 이상으로 커지면 피막형성전압이 2배 이상 증가할 수 있음을 알 수 있다.

정전류 조건에서 10분간 아노다이징 처리 후 용액의 온도를 측정했을 때 동일한 냉각조건임에서 그림 5와 같이 상승된 아노다이징 용액의 온도는 피막 형성전압에 비례하여 증가하였다. 즉 정전류 조건에서 측정된 피막형성전압은 저항 (R)에 비례하므로 전압이 높을수록 더 많은 저항열이 발생한

다고 할 수 있다.

알루미늄 합금의 아노다이징 처리에서 중요한 변수 중의 하나는 용액의 온도이다. 용액의 온도가 높을수록 식 (1)과 같이 아노다이징 피막과 수소이온과의 반응속도가 빨라져 피막의 퇴화가 더 빨리 진행된다.

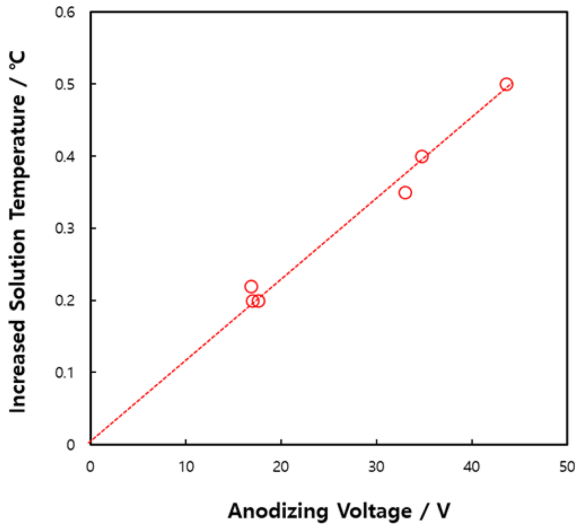
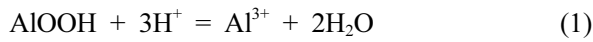


Fig. 5. Amount of increased solution temperature after anodizing of Al2024 for 10 min at 60 mA/cm² and 200 rpm of magnet stirring rate in 20% H₂SO₄ solution.

AlOOH는 $\frac{1}{2}(\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O})$ 과 같으며, 알루미늄 산화물 (Al₂O₃)이 물 분자 1개와 결합되어 있는 수화물이다. 산성용액에서 양극전류를 인가하여 알루미늄 합금 표면에 형성시킨 아노다이징 피막은 비정질의 수화물로서 결정질 피막보다 낮은 화학적 기계적 안정성을 나타낸다. 따라서 식(1)과 같은 화학반응에 의해서 아노다이징 피막의 용해반응이 일어날 수 있으며, 식(1)의 화학반응 속도는 용액의 pH (=수소이온의 농도) 및 온도에 의존한다. 따라서 두껍고 단단한 아노다이징 피막을 얻기 위해서는 수소이온과 피막의 화학반응을 최소화 시켜주는 처리가 필요하다. 특히 식(1)의 화학반응에서 가장 중요한 인자는 아노다이징 피막과 접촉하는 용액의 온도이므로 열 발생량을 줄이면서 동시에 발생된 열을 빠르게 제거해 줄 수 있는 기술이 매우 중요하다고 할 수 있다.

그림 6은 60 mA/cm²에서 10분간 정전류 아노다이징 처리된 6개의 시편의 표면색상을 보여주는 사진이다. 아노다이징 피막 형성전압이 약 17V의 낮은 값을 보인 피막은 그림 6(a) ~ 6(c)와 같이 황색을 띠는 반면, 형성전압이 높아지면 피막의 색상이 더 밝아진다. 황산아노다이징 피막의 색상은 피막의 두께가 두꺼울수록 그리고 기공율이 낮을수록 더 어두운 색상을 나타낸다. 그림 6(d) ~ 6(f)와 같이 정전류 조건에서 피막 형성전압이 높을수록 피막의 색상이 밝아진 것은 더 많은 저항열의 발생으로 피막의 화

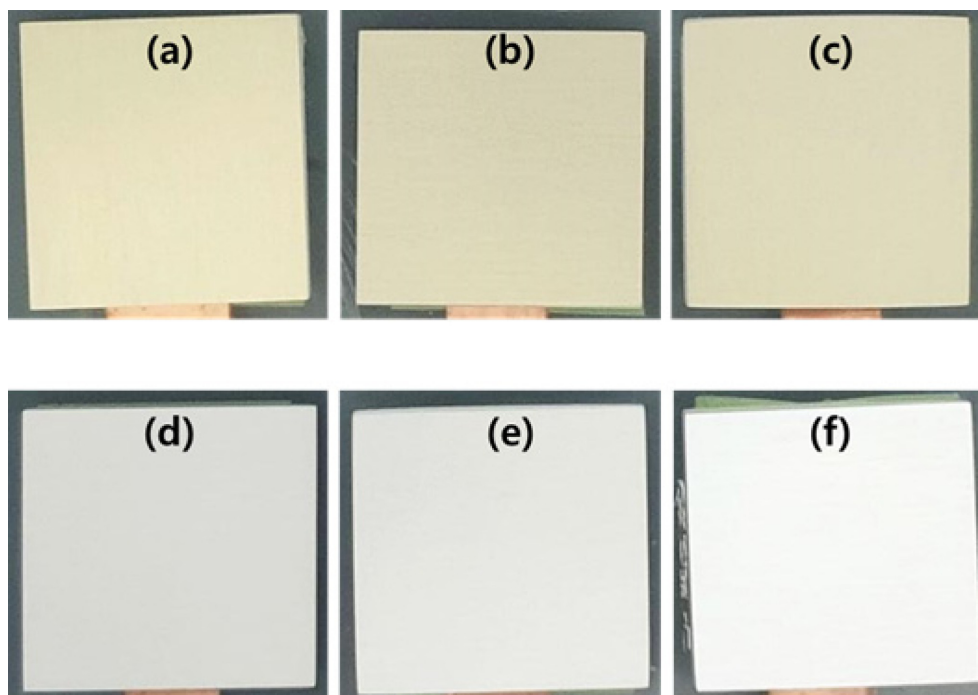


Fig. 6. Photographs of Al2024 specimens anodized for 10 min at 60 mA/cm² and 200 rpm of magnetic stirring rate in 20% H₂SO₄ solution. Anodic oxide film formation voltages recorded at 10 min were (a) 16.85 V, (b) 17.01 V, (c) 17.57 V, (d) 32.9 V, (e) 34.19 V and (f) 43.67 V.

학적 용해가 더 많이 진행되었기 때문이라 할 수 있다.

아노다이징 피막의 색상 변화의 정확한 원인을 알아보기 위하여 피막의 두께를 측정된 결과, 그림 7과 같이 피막형성전압이 높아질수록 피막의 두께가 얇아지는 것으로 나타났다. 피막형성전압이 높아지면 열 발생량이 많아져 그림 5와 같이 용액의 온도가 더 크게 상승하고 그 결과 식 (1)과 같이 피막의 용해가 더 빨리 일어나 피막의 두께가 얇아졌다고 해석할 수 있다.

시편과 구리선 사이의 접촉저항이 높을 경우 저항열이 과다하게 발생하여 피막이 손상되면 피막의 두께가 얇아질 뿐만 아니라 그림 8에서 보는 것처럼 피막의 경도도 낮아진다. 피막형성전압이 40 V 이상으로 높아지면 피막의 용해가 과다하게 진행되면 표면경도 측정 시 소지금속의 경도가 영향을 주어 그림 8과 같이 전압증가에 따라 경도가 오히려 증가하는 현상이 나타난다고 할 수 있다. 특히 경도 측정시 하중을 100 g으로 높게 할 경우 20 g의 하중에 비해 소지금속의 영향이 더 커지므로 측정된 경도 값은 더 크게 얻어진다. 따라서 경도 측정 하중을 높였을 때 그리고 피막형성전압이 40 V 이상에서 표면경도가 더 높게 측정된 이유는 상대적으로 얇고 경도가 낮은 산화피막이 존재하여 경도 측정 시 쉽게 손상되어 소지금속의 높은 경도(150±3 Hv)가 표면경도 측정에 영향을 주었기 때문으로 해석할 수 있다.

그림 1(c)와 같이 시편을 에폭시로 마운팅 하고 구리선을 연결할 경우 시편의 재사용이 편리하고 표면적이 항상 일정하여 일정한 전류밀도를 인가할 수 있는 장점이 있다. 하지만 에폭시로 시편을 마운팅 시 시편과 구리선 사이에 에폭시가 스며들어갈 경우 틈이 생겨서 접촉저항이 증가하는 문제가 발생할 수 있다. 이러한 접촉의 문제를 해결하는 방법으로는 먼저 시편과 구리선을 깨끗하게 연마하고, 기계적으로 압착하고 테이프로 위에서 눌러 붙인 후 남은 틈새 부분을 접착제로 밀봉하는 방법이 있다. 시편과 구리선 사이의 저항을 측정하여 1 ohm 미만임을 확인하고 에폭시로 마운팅할 경우 접촉저항을 줄일 수 있다. 또한 접촉저항에 의한 실험 데이터의 에러를 줄이기 위해서는 실험에 사용되는 시편과 구리선 사이의 저항을 실험 전에 미리 확인하는 것이 중요하다.

4. 결 론

본 연구에서는 아노다이징 실험을 위한 다양한 시편 준비방법들의 특징 및 장단점을 토의하였으며, 그 중에서 에폭시로 마운팅한 시편에서 시편과 구리선의 접촉저항이 20%의 황산용액에서 Al2024 합

금의 정전류 아노다이징 시 피막 형성전압, 용액의 온도, 피막의 두께, 경도 및 색상에 미치는 영향을 체계적으로 고찰하였다. 아노다이징 피막의 형성전압은 시편과 구리선의 접촉저항이 1 ohm 이하일 경우 약 17 V를 나타낸 반면 접촉저항이 수 kohm 이상일 경우 피막 형성전압은 32.9~43.67 V로 크게 증가하였다. 시편과 구리선 사이의 접촉저항이 높을 경우 저항열이 과다하게 발생하여 용액의 온도를 상승시켰으며, 높아진 용액의 온도는 산과 피막 사이의 화학반응을 촉진하여 피막의 두께 및 경도를 감소시키는 것으로 나타났다. 아노다이징 피막의 색상은 접촉저항이 1 ohm 이하인 경우 황색을 띠는 반면, 접촉저항이 수 kohm 이상으로 높아지면 피막의 손상이 과다하게 진행되어 밝은 색상을 나타내었다. 결론적으로, 에폭시로 마운팅한 알루미늄 합금 시편을 아노다이징 실험에 사용할 경우, 구리선과 시편의 접촉저항이 1 ohm 이하가 되도록 준비함으로써 피막형성전압의 증가 및 과다한 저항열의 발생에 의한 피막물성의 저하를 방지할 수 있다고 할 수 있다.

감사의 글

This research was financially supported by a research grant of general research program of KIMS and R&D program of Ministry of Trade, Industry & Energy.

참고문헌

- [1] 정용수, 박영희, 장관섭, 문성모, 최진섭, 정운미, 실용표면처리기술시리즈 제 5권 양극산화, 화신문화(주), (2014) 5.
- [2] Sungmo Moon, Anodic Oxidation Treatment Methods of Metals, J. Kor. Inst. Surf. Eng. 51 (2018) 1-10.
- [3] Sanghyuck Moon, Sungmo Moon and Sugun Lim, Formation Characteristics of Hard Anodizing Films on 6xxx Aluminum Alloys, J. Kor. Inst. Surf. Eng. 52 (2019) 203-210.
- [4] Sungmo Moon, Kihun Jeong, Sugun Lim. Formation Behavior of Anodic Oxide Films on Al 6061 Alloy in Sulfuric Acid Solution, J. Kor. Inst. Surf. Eng. 51 (2018) 393-399.
- [5] S. Moon, Y. Nam, C. Yang, Y. Jeong, Growth of anodic oxide films on AC2A alloy in sulphuric acid solution, Corrosion Science 53 (2011) 1547-155.
- [6] T. Aerts, T. Dimogerontakis, I. De Graeve, J.

- Fransaer, H. Terryn, Influence of the anodizing temperature on the porosity and the mechanical properties of the porous anodic film, *Surf. Coat. Technol* 201 (2007) 7310-7317.
- [7] S.-M. Moon and S.-I. Pyun, Growth Mechanism of Anodic Oxide Film on Pure Aluminium in Acidic and Alkaline Solutions, *J. of Solid State Electrochemistry* 2 (1998) 156-161.
- [8] S.-M. Moon and S.-I. Pyun, A review of Al anodizing, *J. Corros. Sci. Soc. of Korea* 26 (1997) 498-508.
- [9] Y.-S. Kim, S.-I. Pyun, S.-M. Moon and J.-D. Kim, The Effects of Applied Potential and pH on the Electrochemical Dissolution of Barrier Layer in Porous Anodic Oxide Film on Pure Aluminium, *Corrosion Science* 38 (1996) 329-336.
- [10] G. Knörnschild, A. A. Poznyak, A. G. Karoza, A. Mozalev, Effect of the anodization conditions on the growth and volume expansion of porous alumina films in malonic acid electrolyte, *Surface and Coatings Technology* 275 (2015) 17-25.
- [11] Daiki Nakajima, Tatsuya Kikuchi, Shungo Natsui, Ryosuke O. Suzuki, Growth behavior of anodic oxide formed by aluminum anodizing in glutaric and its derivative acid electrolytes, *Applied Surface Science* 321 (2014) 364-370.
- [12] Y. Ma, X. Zhou, G.E. Thompson, M. Curioni, P. Skeldon, X. Zhang, Z. Sun, Anodic film growth on Al-Li-Cu alloy AA2099-T8, *Electrochim. Acta* 80 (2012) 148-159.
- [13] E. Matykina, R. Arrabal, A. Mohamed, P. Skeldon, G. E. Thompson, Plasma electrolytic oxidation of pre-anodized aluminium, *Corrosion Science* 51 (2009) 2897-2905.