

[补充信息]

正向电压对赤泥等离子体电解氧化层结构和耐蚀性的影响

刘世丰, 曾建民✉

西北工业大学材料学院, 固技术国家重点实验室, 西安 710072

[Supplementary Information]

Effect of Positive Voltage on the Structure and Corrosion Resistance of Red Mud Plasma Electrolytic Oxide Coating

LIU Shifeng, ZENG Jianmin✉

State Key Laboratory of Solidification Processing, School of Materials Science and Engineering, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072

实验材料

本实验采用到的氢氧化钾和氢氧化钠为分析纯 AR, 含量 $\geq 85.0\%$, 从广东光华科技股份有限公司购买。去离子水取自广西大学化工学院。基体是 5005 铝合金为广西南南铝业有限公司提供, 其化学成分如表 S1 所示。赤泥为中国广西苹果铝有限公司提供的拜耳法赤泥, 其化学成分如表 S2 所示。

表 S1 5005 铝合金的化学成分 (质量分数%)

Table S1 Chemical composition of 5005 aluminum alloy (wt%)

Mg	Si	Fe	Zn	Ti	Al
1.06	0.29	0.10	0.03	0.02	Bal

表 S2 赤泥的化学成分 (质量分数%)

Table S2 Chemical composition of red mud (wt%)

Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	CaO	SiO ₂	Na ₂ O	TiO ₂	MgO
33.00	18.20	15.70	12.20	8.19	6.27	0.46

陶瓷层的制备

试样尺寸为 $\varnothing 14.5 \text{ mm} \times 2.5 \text{ mm}$ 。试样经除油—水洗—磨光—抛光—超声清洗后与电源阳极相接, 装有 KOH 电解液(3 g/L)的不锈钢槽为阴极。赤泥经热处理后再经转速为 200 r/min 的行星式球磨机 (BM6 grinder) 球磨 2 h 作为添加剂 (5 g/L)加入电解液中, 电磁搅拌使赤泥和 KOH 电解液混合均匀。电源为采购上海索宜电子科技有限公司生产的双脉冲微弧氧化电源(SOYL-75040DM), 试验模式为恒压模式, 电参数为: 改变正向电压, 固定负向电压 100 V、正占空比 42 %、负占空比 18 %、频率 400 Hz、

时间 20 min。不同正向电压赤泥等离子体电解氧化层的制备参数及过程分别如表 3S 和图 S1 所示。

表 S3 不同正向电压陶瓷层的制备参数

Table S3 Preparation parameters of the coatings at various positive voltages

Coatings	D1	D2	D3	D4	D5
Positive voltage/V	450	475	500	525	550

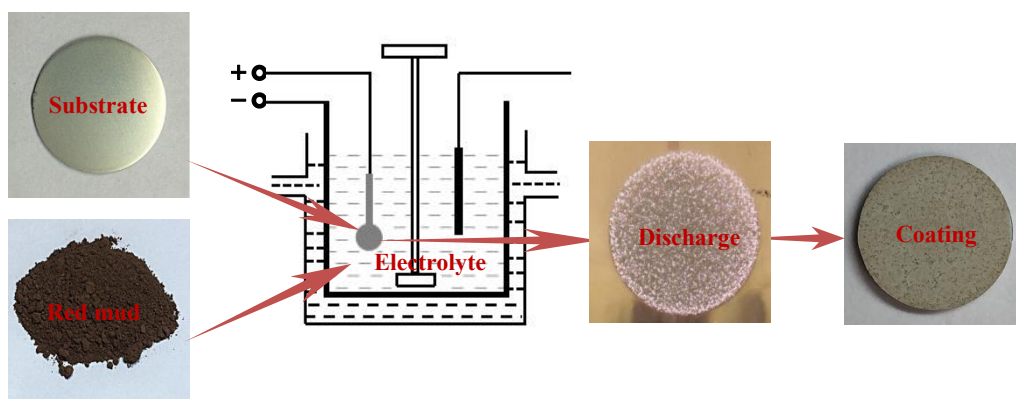


图 S1 不同正向电压的赤泥等离子体电解氧化层的制备过程

Fig. S1 The preparation process of red mud plasma electrolyte oxide coating at various positive coatings

陶瓷层的厚度和表面粗糙度测量

采用图 S2(a)所示的 Kett 公司生产的 LZ-990 型涂层测厚仪测量陶瓷厚度, 每个试样正反两面各取 5 个不同点, 然后取平均值。采用图 S2(b)所示的北京时代之峰科技有限公司生产的 TR200 手持式粗糙度仪测量陶瓷层的表面粗糙度, 每个试样正反两面各取 5 个不同位置, 然后取平均值。采用图片处理软件 Image J 分析所扫描电镜所获得的陶瓷层表面 SEM 图片以得到表面孔隙率。

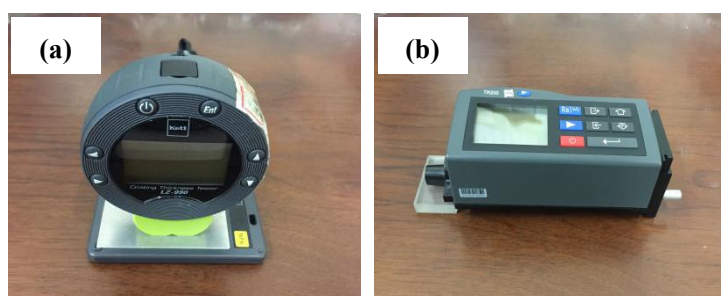


图 S2 (a) LZ-990 型涂层测厚仪; (b) TR200 型手持式粗糙度仪

Fig. S2 (a) LZ-990 coating thickness tester; (b) TR200 hand-held roughness tester

陶瓷层的物相测定

陶瓷层的物相分析采用图 S3 所示的 Rigaku 公司生产的 SMARTLAB3KW 型 X 射线衍射仪(XRD), 使用 CuK α X 射线源, 管压 40KV, 管流 30 mA, 扫描速度 4°/min, 扫描范围 10-80°, 并采用 K 值法计算陶瓷层的物相含量, 其中某一 X 相的质量分数计算公式为:

$$W_x = \frac{I_x}{K_A^x \sum_{i=A}^N \frac{I_i}{K_A^i}}$$

式中:A 是可被选定的任一相, $i=A.....N$, 表示陶瓷层中有 N 个相, 试验选用 Al 为内标物。



图 S3 陶瓷层的物相测定

Fig. S3 Phase determination of coating

陶瓷层的表面和截面形貌扫描

采用图 S4 所示的 HITACHI 公司生产的 SU-8020 型扫描电子显微镜 (SEM) 进行陶瓷层表面和截面的形貌扫描, 结合 OXFORD 公司生产的 X-MAX 80 型能谱仪 (EDS) 分析陶瓷层表面元素组成及其含量。



图 S4 陶瓷层的表面和截面形貌扫描

Fig. S4 Surface and cross-section morphologies scanning of coating

陶瓷层的电化学性能测定

采用图 S5 所示的 Gamry 公司生产的 Interface1010E 型四通道电化学工作站测试分析陶瓷层的耐腐蚀性能, 三电极测量系统, 试样为工作电极, 表面裸露 1 cm^2 作为反应面积, 辅助电极为 Pt 电极, 参比电极为饱和甘汞电极 (SCE), 电解质为 3.5 质量分数 %NaCl 水溶液, 测量时电解液的温度控制在 $25 \text{ }^\circ\text{C}$, 测试前, 试样在电解质溶液中浸泡 30 min 直到开路电位稳定, 动电位极化曲线测试的扫描范围相对于开路电位从 -0.5 V 到 $+1.5 \text{ V}$, 扫描速率为 1 mV/s ; 交流阻抗谱测试的频率为 0.01 Hz 到 100 kHz , 扰动振幅为 10 mV 。

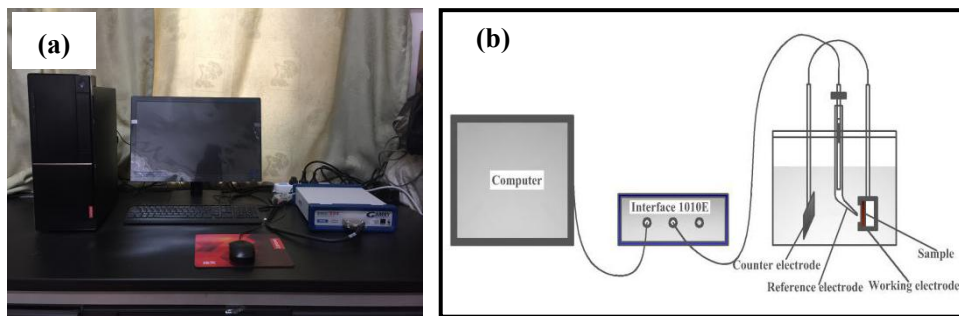


图 S5 涂层的电化学腐蚀测试系统: (a) 实物图; (b) 原理图

Fig. S5 Electrochemical corrosion testing system of coating: (a) apparatus; (b) schematic diagram