

固化工艺对无取向环保硅钢绝缘涂层性能的影响

安恺¹, 王雷², 崔珊², 刘常升¹

(1.东北大学 材料各向异性与织构教育部重点实验室, 沈阳 110819;

2.沈阳理工大学 环境与化学工程学院, 沈阳 110159)

摘要: **目的** 为探究不同固化工艺对无取向环保硅钢绝缘涂层性能的影响, 研究无取向环保硅钢绝缘涂层的固化成膜机理。**方法** 配制了一种新型环保硅钢绝缘涂层液, 分别使用不同固化工艺对涂层进行固化, 通过中性盐雾试验、电化学测试、涂层绝缘电阻测量仪及扫描电镜来评价涂层的耐腐蚀性能、电化学性能、绝缘性能及表面形貌, 进而探究工艺对无取向硅钢绝缘涂层性能的影响, 并通过热重差热分析和涂层的红外谱图研究了涂层的固化成膜机理。**结果** 当固化温度为 400 ℃、固化时间为 20 s 时, 无取向环保硅钢绝缘涂层表面均匀致密, 5 h 中性盐雾试验锈蚀百分比小于 10%, 电化学参数最佳, 绝缘电阻值达到 300 Ω·mm²。**结论** 400 ℃固化 20 s 的涂层表面形貌、电化学性能、耐腐蚀性能和绝缘性能最优异, 能够满足用户使用要求且绿色环保, 对硅钢涂层的实际生产具有一定的指导意义。

关键词: 无取向; 硅钢涂层; 绝缘性; 耐腐蚀性; 固化过程; 机理分析

中图分类号: TG174.45 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-3660(2017)05-0196-06

DOI: 10.16490/j.cnki.issn.1001-3660.2017.05.032

Influence of Curing Process on Performance of Eco-friendly Non-oriented Silicon Steel Insulating Coating

AN Kai¹, WANG Lei², CUI Shan², LIU Chang-sheng¹

(1.Key Laboratory of Ministry of Education for Anisotropy and Texture of Materials, Northeastern University, Shenyang 110819, China; 2.School of Environmental and Chemical Engineering, Shenyang Ligong University, Shenyang 110159, China)

ABSTRACT: The work aims to study curing and film-forming mechanism of eco-friendly non-oriented silicon steel insulating coating by exploring effects of different curing processes on performance of the coating. A novel silicon steel insulating coating solution was prepared and cured by using different curing processes. Corrosion resistance, electrochemical performance, insulating property and surface morphology of the coating were evaluated by neutral salt spray test, electrochemical test, coating insulation resistance measuring meter and scanning electron microscope, so as to explore effects of different processes on the non-oriented silicon steel insulating coating. Curing and film-forming mechanism of the coating was studied based on differential thermal analysis and infrared absorption spectrometry. The coating had uniform and dense surface provided with the best curing process (400 ℃, 20 s). After 5 hours of salt spray test, corrosion percentage was less than 10%, surface insulation resistance was up to 300 Ω·mm², and electrochemical parameter of the coatings was the best. The morphology, electrochemical

收稿日期: 2016-10-19; 修订日期: 2017-03-22

Received: 2016-10-19; Revised: 2017-03-22

作者简介: 安恺 (1990—), 男, 博士研究生, 从事材料表面科学与技术研究。

Biography: AN Kai (1990—), Male, Ph. D. candidate, Research focus: science and technology of material surface.

通讯作者: 刘常升 (1963—), 男, 教授, 主要研究方向为材料表面科学与技术、激光应用技术。

Corresponding author: LIU Chang-sheng (1963—), Male, Professor, Research focus: science and technology of material surface, laser application technology.

property, corrosion resistance and insulation performance of the eco-friendly coating are all the best at the moment, meeting users' operating requirements. The study of curing process has certain theoretical guiding significance on industrial production of silicon steel coating.

KEY WORDS: non-oriented; silicon steel coating; insulativity; corrosion resistance; curing process; mechanism analysis

电工钢俗称硅钢,是一种具有特殊功能的冷轧钢片,它是以极低碳、氮成分的基材,配合特殊热、冷轧及退火条件来调整成具有特定电磁性质的底片,再经表面碱洗、刷洗与清水洗后,再涂覆绝缘涂膜而成。硅钢被誉为钢铁中的艺术品,一个国家生产硅钢产品的质量体现了这个国家工业技术的发展水平^[1-4]。硅钢被广泛用于电站发电机、电脑驱动器、电力传输变压器的铁芯、手机电板、工业驱动器、家用食品搅拌机及洗衣机等各种商品^[5-7]。

随着我国对电工钢需求量的日益增长,电工钢生产技术逐步提高。无取向硅钢在我国硅钢生产中占有巨大的市场份额,而硅钢涂层又是硅钢产品生产中的关键技术,必将影响硅钢产品的生产发展,而且随着我国硅钢产业的发展壮大,硅钢涂层具有巨大的市场潜力。尤其是在强调绿色节能环保的 21 世纪,硅钢涂层在保证其自身使用性能的同时,也面临着绿色环保的考验。我国在环保硅钢绝缘涂层领域取得一定进展,但其使用性能与国外相比还存在一定差距^[8-9]。固化工艺是硅钢涂层的关键工艺,本文配制一种环保硅钢绝缘涂层液,并使用不同固化工艺条件处理无取向硅钢绝缘涂层,通过观察表面形貌差异、中性盐雾试验锈蚀面积、绝缘电阻值的大小、电化学参数的优劣,来评价涂层的表面状态、耐腐蚀性能、电化学性能、绝缘性能等,进而评价涂层固化工艺的优劣,对硅钢涂层的实际生产应用具有指导意义。

1 实验与测试表征

1.1 涂层的制备

使用网纹辊将实验室制备的磷酸盐系无取向环保硅钢绝缘涂层液涂覆在经处理的硅钢基板上,保证涂覆量在 $1\sim 1.5\text{ g/cm}^2$ 之间,分别选取温度为 300、350、400、450 $^{\circ}\text{C}$,时间为 10、20、30 s 来进行涂层烧结固化,得到不同工艺条件下的无取向环保硅钢绝缘涂层,并对其进行性能测试和表征。

1.2 测试表征

使用上海辰华 CHI660E 型电化学工作站测试涂层的极化曲线和交流阻抗,采用传统的三电极体系,工作面积为 1 cm^2 ,腐蚀介质选用 3.5%NaCl 溶液,扫描速率为 5 mV/s,交流阻抗谱的扫描频率范围为

10 mHz~100 kHz,扫描速率为 0.05 mV/s。采用意大利 Angelantoni 公司 DCTC1200P 型中性盐雾试验箱,根据 GB/T 10125—1997 测试涂层的耐腐蚀性能。按照 GB/T 2522—2007,使用 HT-2007 型涂层绝缘电阻测量仪测试涂层的绝缘电阻,以评价涂层的绝缘性能。采用日立 S-3400N 型扫描电镜观察环保硅钢绝缘涂层固化后的表面微观形貌。采用德国 Netzsch 公司 STA-449C 热分析仪,在氮气保护下,升温速度 $10\text{ }^{\circ}\text{C/min}$,对无取向环保硅钢涂层液进行热分析。使用美国 PerkinElmer 公司傅里叶变换红外光谱仪对涂层进行红外分析。

2 结果与讨论

2.1 耐腐蚀性能

选用中性盐雾实验来评价涂层的耐腐蚀性,5 h 中性盐雾试验后锈蚀面积百分比如图 1 所示。由图 1 可得:中性盐雾试验中,在相同的固化时间下,随着固化温度的升高(300~450 $^{\circ}\text{C}$),涂层的耐腐蚀性能大体上呈逐渐提高的趋势。其中,固化温度为 300 $^{\circ}\text{C}$ 时,3 个固化时间下涂层的腐蚀百分比都明显高于其他工艺条件下的,涂层的耐腐蚀性能都相对较差,说明此温度下涂层固化不完全。固化温度为 350 $^{\circ}\text{C}$ 时,随着固化时间的增加,腐蚀百分比逐渐降低,说明随着固化时间的增加(10~30 s),涂层的耐腐蚀性能不断提高。固化温度为 400 $^{\circ}\text{C}$ 时,3 个固化时间下涂层的腐蚀百分比均明显小于其他工艺条件下的,耐腐蚀

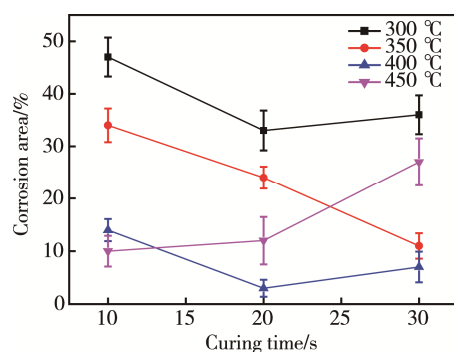


图 1 不同工艺条件下涂层 5 h 中性盐雾试验锈蚀面积百分比

Fig.1 Corrosion area of coatings in different process after 5 h salt spray

性能较高,固化时间为20 s和30 s时的耐腐蚀性能尤为优异。450 ℃时,10 s和20 s的腐蚀百分比较低,但当固化时间达到30 s时,涂层的腐蚀百分明显升高,说明此时涂层的耐腐蚀性能较差。

2.2 绝缘性能

环保硅钢绝缘涂层的绝缘性能通过测得的绝缘电阻值来表征,不同工艺条件下涂层的绝缘电阻如图2所示。由图2可以看出,不同固化工工艺对涂层绝缘性能的影响不尽相同。固化温度为300 ℃时,随着固化时间的增加,涂层绝缘电阻微弱增加。300 ℃时,绝缘电阻最高值仅为175 $\Omega \cdot \text{mm}^2$ 。当固化温度达到350 ℃时,随着固化时间的增加,涂层的绝缘电阻明

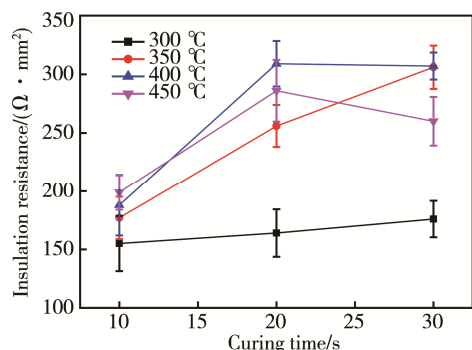


图2 不同固化工工艺对绝缘性能的影响

Fig.2 The influence of different curing process on insulation performance

显增大,固化30 s时,绝缘电阻可达300 $\Omega \cdot \text{mm}^2$ 以上。固化温度为400 ℃时,固化时间为20 s和30 s较固化10 s时的绝缘电阻提升明显,但两者的阻值差异不大。但当固化温度为450 ℃时,可以发现绝缘电阻值随着固化时间的增长,变化趋势呈抛物线型,且阻值低于400 ℃时各个固化时间下的阻值。

2.3 表面形貌

为探究不同工艺条件下涂层表面的微观形貌,结合中性盐雾试验及绝缘性能的测试结果,选取硅钢涂层在300 ℃+10 s、350 ℃+30 s、400 ℃+20 s、450 ℃+30 s四个具有代表性的工艺条件,观察表面微观形貌如图3所示。由图3可以明显看出四种工艺条件下涂层表面微观形貌的差异:当固化工工艺为300 ℃+10 s时,涂层颜色较浅,呈半透明,可以看到硅钢基板的表面凹凸不平,涂层基本未固化;当固化工工艺为350 ℃+20 s时,涂层的颜色明显加深,但也能依稀发现基板的形貌,固化程度增加;当固化工工艺为400 ℃+20 s时,涂层表面均匀致密,且覆盖良好,涂层固化程度较好;当固化工工艺为450 ℃+30 s时,涂层出现明显的缺陷,表面被烧焦破坏,硅钢基体裸露,出现块状、粉末形貌聚集,说明此时温度过高,使涂层过固化。涂层在不同工艺下的微观形貌,能够很好地解释涂层的耐腐蚀性能与绝缘性能的关系。

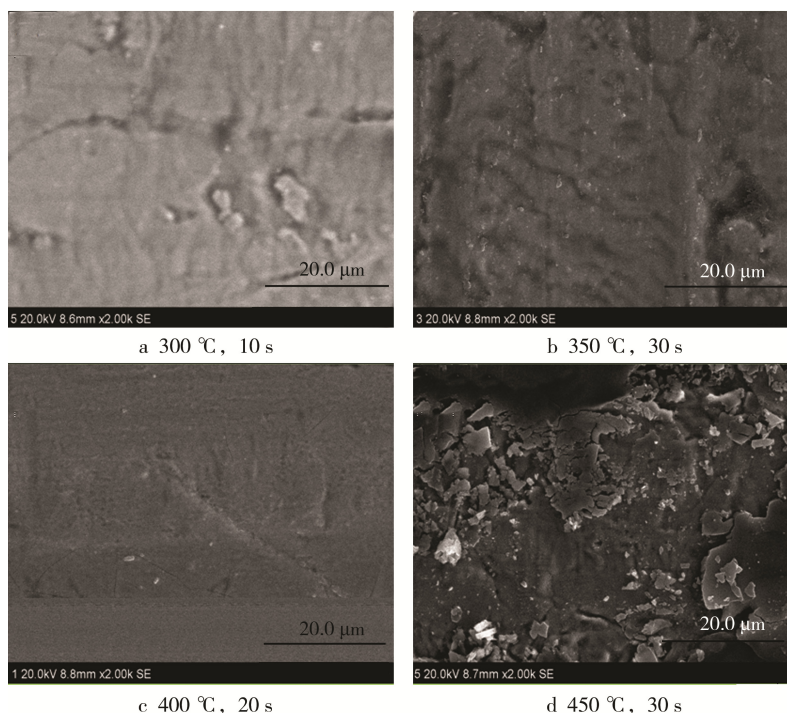


图3 不同工艺条件下涂层表面微观形貌

Fig.3 The surface morphology of coatings prepared by different process conditions

2.4 电化学性能测试

2.4.1 Tafel 极化曲线

结合中性盐雾试验和绝缘性能测试的实验结果,选取基板和 4 个工艺条件试样的塔菲尔极化曲线,如图 4 所示,电化学参数列于表 1。由图 4 和表 1 可得:4 种工艺条件下,腐蚀电流大小基本一致,同属一个数量级,腐蚀电位差别不大,但固化温度为 400 ℃,固化时间 20 s、30 s 时,其极化电阻值为其他条件下的 2 倍,说明该工艺条件下涂层的电化学参数相对较优异,此时涂层能够有效地阻碍氯离子对试样的腐蚀,使电子在阴阳极之间的转移速率减小,降低了腐蚀速率。

腐蚀保护率 P_e 通常用来表示涂层对基板的保护程度,可通过公式计算^[10-11]:

$$P_e = \left(1 - \frac{J_{\text{corr}}}{J_{\text{corr}}^0}\right) \times 100\%$$

(1)

式中: J_{corr} 和 J_{corr}^0 分别为样品和基板的腐蚀电流密度。测得基板的腐蚀电流密度 $J_{\text{corr}}^0 = 8.17 \times 10^{-5} \text{ A/cm}^2$ 。不同工艺条件下,涂层对基板的保护率见表 1。四种工艺条件下,涂层的保护率均大于 98%,基本能够满足涂层对基板的保护,这与中性盐雾试验和绝缘电阻值的实验结果相吻合。其中 400 ℃+20 s 时涂层的腐蚀保护率高达 99.53%,说明此工艺条件下涂层对基板的保护效果最好。

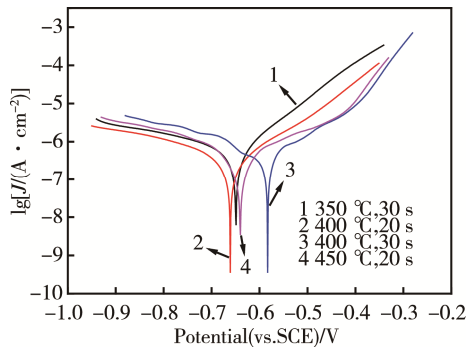


图 4 不同工艺条件下涂层 Tafel 极化曲线

Fig.4 Tafel curves of coatings prepared by different process conditions

表 1 动电位极化法测得不同工艺条件下涂层的电化学参数

Tab.1 Electrochemical parameter of different coatings measured by potentiodynamic polarization

工艺条件	E_{corr}/V	$J_{\text{corr}}/(\times 10^{-7} \text{ A}\cdot\text{cm}^{-2})$	R_p/Ω	$P_e/\%$
350 ℃+30 s	-0.647	9.71	50 835	98.81
400 ℃ +20 s	-0.661	3.80	98 364	99.53
400 ℃+30 s	-0.586	5.67	49 319	99.30
450 ℃+20 s	-0.640	4.35	98 409	99.46

2.4.2 交流阻抗谱

不同固化工艺条件下,新型环保硅钢绝缘涂层的交流阻抗谱如图 5 所示。由图 5 可以得出:四种工艺条件下的阻抗弧差别较大,当固化温度为 400 ℃、固化时间为 20 s 时,涂层的阻抗弧半径最大,且明显大于其他 3 个工艺条件的阻抗弧半径。表 2 列举了拟合等效电路的电路原件值, R_s 为溶液电阻, R_{po} 为涂层孔内电阻, R_t 为涂层腐蚀反应极化电阻, C_c 为涂层电容, C_{dl} 为双电层电容。 R_t 值越大, C_c 值越小,说明涂层的保护效果越好。固化工艺为 400 ℃+20 s 时, R_t 值高达 $70\,561 \Omega\cdot\text{cm}^2$, C_c 值比其他条件下的小一个数量级,说明此时涂层的保护效果最好^[12-13]。结合 Tafel 极化曲线中的电化学参数实验分析得:当固化条件为 400 ℃+20 s 时,涂层的电化学性能较优异,较好地提高了涂层的耐腐蚀性能。

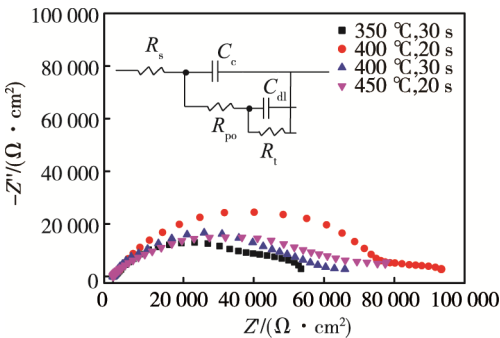


图 5 不同工艺条件下涂层的交流阻抗谱和等效电路图

Fig.5 EIS and equivalent circuit of coatings prepared by different process conditions

表 2 拟合等效电路原件参数
Tab.2 Equivalent circuit fitting parameters

工艺条件	$R_{po}/(\Omega\cdot\text{cm}^2)$	$C_c/(\times 10^{-7} \text{ F}\cdot\text{cm}^{-2})$	$R_t/(\Omega\cdot\text{cm}^2)$	$C_{dl}/(\times 10^{-7} \text{ F}\cdot\text{cm}^{-2})$
350 ℃+30 s	2283	1.41	36 292	8.03
400 ℃+20 s	2681	0.116	70 561	0.697
400 ℃+30 s	1974	1.78	45 302	6.62
450 ℃+20 s	6585	0.301	49 810	3.08

2.5 涂层液差热分析

为探究涂液体系在高温固化过程中质量变化和热焓变化的情况,进一步分析新型环保硅钢绝缘涂层的成膜机理,进行 TG-DTA 分析。为使数据有较好的呈现性,需先除去涂液中水的影响,将涂液置于真空干燥箱中,抽真空干燥后进行测试,其 TG-DTA 曲线如图 6 所示。

由图 6 可知,涂层在 133~330 ℃ 范围内一直在失重,大体可分为两个失重区间: 133~230 ℃ 和 250~330 ℃。由 DTA 曲线可以看出,涂层在 133 ℃ 有明显的吸热峰,此后吸热峰的斜率逐渐降低,说明

此时涂层内大部分水及树脂间小分子被脱去,树脂开始交联;含结晶水的三聚磷酸铝生成,同时磷酸盐玻璃层与硅钢基体结合;涂液中的硼酸根离子与铝离子结合,生成四面体结构的存在物。涂层在 250~330 °C 之间存在微弱的质量损失,此时为树脂在固化过程中进一步玻璃化,与硅钢基体结合紧密形成硼酸铝铁,聚偏磷酸铝聚合形成紧密的玻璃膜层。同时涂层在 330~400 °C 有微弱的吸热,说明树脂和聚偏磷酸铝及硼酸铝铁玻璃底层继续交联,同时树脂开始出现微弱的热分解^[14-16]。当温度高于 400 °C 时,DTA 斜率增大,继续吸热,说明此时树脂大部分开始显著分解。由于整个体系的热惰性,即使反应終了,热量仍有一个散失过程,使曲线不能立即回到基线。由于差热实验中的温度与高温固化过程中硅钢板面温度存在一定差异,结合前期固化工艺中的涂层性能进行综合分析,涂层中主要物质的成膜玻璃化转变温度为 250~330 °C,高温固化温度不宜超过 400 °C。

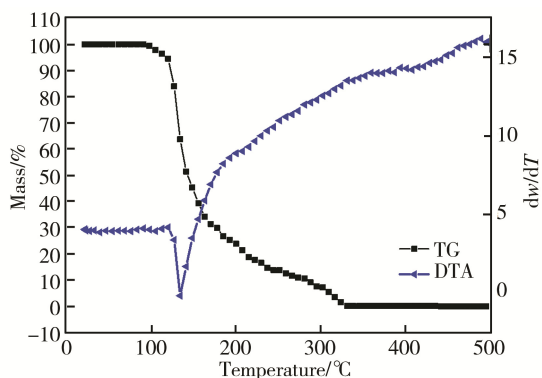


图6 涂层液 TG-DTA 曲线
Fig.6 TG-DTA curve of coating solution

2.6 新型环保硅钢绝缘涂层红外谱图分析

为了更好地分析涂层的成膜机理,结合前期涂层性能测试和差热实验结果,选取 3 个具有代表性的温度进行固化,对固化后的涂层进行红外表征测试,得到红外谱图如图 7 所示。综合分析 3 个红外光谱显示的特征吸收峰,其中在 3400 cm^{-1} 附近为水羟基的伸缩振动吸收峰,即 $\nu_{(\text{O}-\text{H})}$,在 2993 cm^{-1} 和 2873 cm^{-1} 附近为水性丙烯酸树脂 GX108 中甲基的伸缩振动吸收峰,在 1725 cm^{-1} 附近为树脂中羰基的伸缩振动吸收峰 $\nu_{(\text{C}=\text{O})}$,1650 cm^{-1} 附近为树脂中碳碳双键特征吸收峰,在 1475 cm^{-1} 和 550 cm^{-1} 附近归结为 BO_3^{3-} 缔合的四面体的伸缩振动峰,在 1240 cm^{-1} 和 1100 cm^{-1} 附近为 H_2PO_4^- 中 PO_2 的反对称伸缩和对称伸缩振动吸收峰,在 740 cm^{-1} 附近为偏磷酸铝的特征吸收峰,896 cm^{-1} 附近为 $\text{P}-\text{O}-\text{P}$ 的反对称伸缩振动的特征吸收峰^[17-19]。

比较 3 个红外光谱图可以发现,当固化温度为

120 °C 时,水中羟基对谱图的影响较大,各个特征吸收峰的强度不大,说明此时涂液基本未固化,水分含量过大。当温度为 280 °C 时,谱图中的水羟基吸收峰明显变弱,磷酸二氢根中的树脂碳碳双键特征吸收峰的强度变大,并出现偏磷酸铝和硼酸铝四面体特征峰,说明此时涂层大部分已固化,涂层中大部分水分子已脱去,偏磷酸铝结构已经出现,硼酸根也与铝离子结合形成硼酸铝结构。当固化温度为 400 °C 时,谱图中的羟基吸收峰已基本消除,各个特征吸收峰的强度增加明显,此时涂层固化完全。

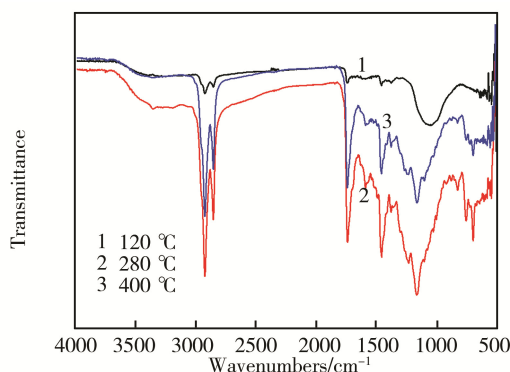


图7 不同固化温度下涂层红外谱图
Fig.7 Infrared spectrogram at different curing temperatures

3 结论

1) 不同固化工艺对涂层各项性能的影响不尽相同。当固化工艺为 400 °C+20 s 时,涂层各项性能最优。无取向环保硅钢绝缘涂层较好地覆盖了硅钢基板,涂层表面致密均匀,涂层保护率高达 99.53%。5 h 中性盐雾试验中,锈蚀面积百分比仅为 6%,电化学参数明显优于其他条件,绝缘电阻值达到 300 $\Omega \cdot \text{mm}^2$ 。

2) 涂层固化过程中,涂层树脂交联固化,形成结构稳定的偏磷酸铝,硼酸铝通过共用顶角的氧原子而脱水形成三维网状结构,这些物质共同形成与硅钢基体结合良好的玻璃质膜层。通过探究不同固化工艺对涂层性能的影响及对涂层成膜过程进行机理分析,能够很好地指导无取向硅钢绝缘涂层的实际生产应用。

参考文献:

- [1] YANG Li-ting, SUN Dong-hai, LI Yan-fang. Properties of Poly(vinyl chloride)Blended with an Emulsion Copolymer of N-cyclohexylmaleimide and Methyl Methacrylate [J]. Journal of Applied Polymer Science, 2003, 88(1): 201—205.
- [2] 何忠治. 电工钢[M]. 北京: 冶金工业出版社, 1997.

- HE Zhong-zhi. Electrical Steels[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 1997.
- [3] SNELL David, COOMBS Alan. Novel Coating Technology for Non-oriented Electrical Steel[J]. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 2000, 215(1): 133—135.
- [4] 张正贵, 李战库. 无取向硅钢绝缘涂层的研究进展[J]. 材料科学与腐蚀防护技术, 2013, 25(5): 425.
- ZHANG Zheng-gui, LI Zhan-ku. Study of Progress of the Surface Non-oriented Insulation Coating of the Silicon Steel [J]. Corrosion Science and Protection Technology, 2013, 25(5): 425.
- [5] 储双杰, 瞿标, 戴元远, 等. 无取向硅钢表面绝缘涂层[J]. 材料保护, 1998, 31(1): 19—21.
- CHU shuang-jie, QU biao, DAI Yuan-yuan, et al. The Surface Insulation Coating of the Silicon Steel[J]. Materials Protection, 1998, 31(1): 19—21.
- [6] 马普生, 张富强. 鞍钢开发冷轧电工钢的探讨[J]. 鞍钢技术, 2002(2): 24—30.
- MA Pu-sheng, ZHANG Fu-qiang. Discussion on Development of Cold Rolled Electrotechnical Steel in Angang [J]. Angang Technology, 2002(2): 24—30.
- [7] 孔祥华, 张东升, 何业东, 等. 无取向硅钢磷酸盐环保绝缘涂层制备工艺[J]. 北京科技大学学报, 2007, 29(S2): 108—111.
- KONG Xiang-hua, ZHANG Dong-sheng, HE Ye-dong, et al. Preparation Method of Phosphating and Environmentally Protective Insulating Coating for Non-oriented Electrical Steel[J]. Journal of University of Science and Technology Beijing, 2007, 29(S2): 108—111.
- [8] 王双红, 赵时璐. 无取向硅钢环保绝缘涂层的制备与性能[J]. 表面技术, 2015, 44(1): 117—121.
- WANG Shuang-hong, ZHAO Shi-lu. Preparation and Performance of Insulating Coating on Non-oriented Silicon Steel[J]. Surface Technology, 2015, 44(1): 117—121.
- [9] 代如梅, 金艳花, 潘旭杰, 等. 无取向硅钢用磷酸盐涂层材料制备及其防腐性能[J]. 无机盐工业, 2014, 46(9): 41—43.
- DAI Ru-mei, JIN Yan-hua, PAN Xu-jie, et al. Preparation and Corrosion Resistance Performance of Phosphate Coating Material for Non-oriented Silicon Steel[J]. Inorganic Chemicals Industry, 2014, 46(9): 41—43.
- [10] LIU Shu-an, GU Lin, ZHAO Hai-chao, et al. Corrosion Resistance of Graphene-reinforced Waterborne Epoxy Coatings[J]. Journal of Materials Science & Technology, 2016, 32(5): 425—431.
- [11] SHENG Xin-xin, CAI Wen-xi, ZHONG Li, et al. Synthesis of Functionalized Graphene/Polyaniline Nanocomposites with Effective Synergistic Reinforcement on Anticorrosion[J]. Industrial & Engineering Chemistry Research, 2016, 55(31): 8576—8585.
- [12] 孔祥华, 张传伟, 陈祥, 等. 无取向硅钢铬酸镁绝缘涂层高温固化工艺[J]. 材料热处理学报, 2014, 35(9): 195—198.
- KONG Xiang-hua, ZHANG Chuan-wei, CHEN Xiang, et al. Curing Process of Non-oriented Silicon Steel Insulation Coating at High Temperature[J]. Transactions of Materials and Heat Treatment, 2014, 35(9): 195—198.
- [13] SU Hsiang-yu, LIN Chao-sung. Effect of Additives on the Properties of Phosphate Conversion Coating on Electro-galvanized Steel Sheet[J]. Corrosion Science, 2014, 83: 137—146.
- [14] 曹楚南, 张鉴清. 电化学阻抗谱导论[M]. 北京: 科学出版社, 2002.
- CAO Chu-nan, ZHANG Jian-qing. Introduction to Electrochemical Impedance Spectroscopy[M]. Beijing: Science Press, 2002.
- [15] 顾宝珊, 弋慧丽, 杨培燕, 等. 无铬无取向硅钢涂层烧结固化工艺[J]. 材料热处理学报, 2013, 34(12): 176—182.
- GU Bao-shan, GE Hui-li, YANG Pei-yan, et al. Curing Process of Chromium-free Non-oriented Silicon Coating [J]. Transactions of Materials and Heat Treatment, 2013, 34(12): 176—182.
- [16] 刘宝军. 无取向硅钢半有机绝缘涂层研究[D]. 沈阳: 东北大学, 2011.
- LIU Bao-jun. Research on the Semi-organic Insulation Coating of Non-oriented Silicon Steel[D]. Shenyang: Northeastern University, 2011.
- [17] 李少燕, 钟恒文, 韦志明, 等. 三磷酸铝的傅里叶变换红外光谱分析[J]. 理化分析, 2009, 45(7): 765—767.
- LI Shao-yan, ZHONG Heng-wen, WEI Zhi-ming, et al. FT-IR Spectrometric Analysis of Aluminum Triphosphate[J]. The Physical and Chemical Analysis, 2009, 45(7): 765—767.
- [18] 李芝华, 李菊仁. 丙烯酸树脂改性的水性聚氨酯红外光谱分析[J]. 湖南师范大学自然科学学报, 1998, 21(3): 55—59.
- LI Zhi-hua, LI Ju-ren. IR Analysis in Water-borne Polyurethane Modified with Acrylic Resin[J]. Journal of Natural Science of Hunan Normal University, 1998, 21(3): 55—59.
- [19] 李东坡, 武志杰, 梁成华, 等. 红外光谱分析丙烯酸树脂包膜尿素膜降解特征[J]. 光谱学与光谱分析, 2012, 32(3): 635—640.
- LI Dong-po, WU Zhi-jie, LIANG Cheng-hua, et al. Analysis of the Character of Film Decomposition of Methyl Methacrylate(MMA) Coated Urea by Infrared Spectrum[J]. Spectroscopy and Spectral Analysis, 2012, 32(3): 635—640.