

电解抛光法制备铝合金 EBSD 试样方法研究

何敏, 朱易捷, 赵恩兰, 颜林泉

(徐州工程学院 机电工程学院, 江苏 徐州 221018)

摘要: **目的** 为在导电单相金属中获得高质量 EBSD 试样表面, 研究电解抛光法制备铝合金试样的方法, 并提供理论支持。**方法** 基于 Jacquet 黏膜模型和金属阳极原理, 提出利用阳极极化曲线、电流-时间曲线和扫描电镜二次电子图像获得电解抛光工艺参数, 批量制备铝合金 EBSD 试样的理论方法。采用恒电位法中的静态法记录稳定的电压-电流走势, 以获得电流稳定的实验时间, 在 90 s 内进行各电压下的电解抛光实验, 获得电压与稳定电流的对应关系, 并绘制阳极极化曲线。电流由持续稳定转至持续上升后的斜率与电压横坐标相交处为理论最低分解电压值。结合扫描电镜二次电子图像在最低分解电压以上观察抛光表面。**结果** 获得最优抛光电压值为 31 V。利用电流随时间的变化曲线, 结合黏膜模型分析, 并通过扫描电镜二次电子图像验证, 最优电压下的最佳抛光时间为 12 s, 该值是电流-时间曲线中的电流最低点。此工艺使制备的铝合金 EBSD 样品标定率为 97%, 是理想的电解抛光工艺。**结论** 采用阳极极化曲线获得的最优电压和最优电压下的最小电流规律由 Jacquet 黏膜模型支持, 其所获得的电解抛光工艺能够制备出优质的样品表面, 也能够为其他金属块体导电材料和其他需要电解抛光的实验类型提供获得最佳电解抛光工艺值的理论方法。

关键词: 电解抛光法; 铝合金; EBSD; Jacquet 黏膜模型; 阳极极化曲线; 电流-时间曲线

中图分类号: TG174.4 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-3660(2020)10-0338-08

DOI: 10.16490/j.cnki.issn.1001-3660.2020.10.040

Preparation of Aluminum Alloy EBSD Specimens by Electropolishing

HE Min, ZHU Yi-jie, ZHAO En-lan, YAN Lin-quan

(School of Mechanical and Electrical Engineering, Xuzhou University of Technology, Xuzhou 221018, China)

ABSTRACT: The work aims to obtain high quality EBSD sample surfaces in conductive single-phase metals, so as to study the method of preparing aluminum alloy samples by electropolishing and provide theoretical support. Based on the Jacquet visous film model and anode dissolution electrochemistry principle, the anodic polarization curve, the current versus time curve and the secondary electron image of scanning electron microscope were used to obtain electropolishing parameters and theoretical method for batch preparation of aluminum alloy EBSD samples. The static method in the potentiostatic method was adopted to

收稿日期: 2019-11-19; 修订日期: 2020-08-25

Received: 2019-11-19; Revised: 2020-08-25

基金项目: 国家自然科学基金项目 (51401177); 江苏省教育厅高校自然科学基金重大项目 (17KJA460010, 16KJA430003); 2018 年江苏省高校优秀青年教师和校长赴境外研修计划; 江苏省第五期“333 工程”科研项目 (BRA2020248); 徐州市科技计划项目 (KC20189)

Fund: Supported by NSF of China (51401177), Major Project of Natural Science Foundation of Higher Education of Jiangsu Province (17KJA460010, 16KJA430003), Jiangsu Overseas Visiting Scholar Program for University Prominent Young & Middle-aged Teachers and Presidents in 2018, Jiangsu “333 Project” (BRA2020248), Xuzhou Science and Technology Project (KC20189)

作者简介: 何敏 (1980—), 女, 博士, 副教授, 主要研究方向为铝合金高强韧先进塑性成形工艺及质量控制。邮箱: heminbox@sohu.com

Biography: HE Min (1980—), Female, Doctor, Associate professor, Research focus: advanced plastic deformation process to prepare high strength and toughness aluminum alloy and quality control. E-mail: heminbox@sohu.com

引文格式: 何敏, 朱易捷, 赵恩兰, 等. 电解抛光法制备铝合金 EBSD 试样方法研究[J]. 表面技术, 2020, 49(10): 338-345.

HE Min, ZHU Yi-jie, ZHAO En-lan, et al. Preparation of aluminum alloy EBSD specimens by electropolishing[J]. Surface technology, 2020, 49(10): 338-345.

obtain the time with stable current through a stable voltage-current trend. Electropolishing experiments at various voltages within 90 seconds were conducted to obtain the relationship between voltage and stable current and plot the anodic polarization curve. The anodic polarization curve was applied to analyze the slope after the current switched from stable to upward trend and the theoretical minimum decomposition voltage value at the horizontal coordinate of voltage. The polishing surface was observed above the minimum decomposition voltage combined with the secondary electron image of scanning electron microscope. An optimum polishing voltage value of 31 V was obtained. By using the curve of current changing with time and combining the Jacquet visous film model, it was verified that the best polishing time under the optimal voltage was 12 s through the secondary electronic image of SEM, which was the lowest point of current in the current-time curve. The calibration rate of the aluminum alloy EBSD sample prepared under this process reached 97% and the ideal electropolishing process was realized. The optimal voltage obtained by anodic polarization curve and the minimum current rule under the optimal voltage are supported by Jacquet visous model. The electropolishing process obtained by Jacquet visous model can prepare high quality sample surfaces, and can also provide theoretical methods for obtaining the optimal electropolishing process value for other metal block conductive materials and other experimental types requiring electropolishing.

KEY WORDS: electropolishing; aluminum alloy; EBSD; Jacquet visous film model; anodic polarization curve; current-time curve

电子背散射衍射（Electron Backscattered Diffraction, EBSD）技术是基于扫描电镜中电子束在倾斜样品表面被激发并形成衍射菊池带，从而确定晶体结构、晶体取向及应变信息的方法^[1]。由于电子背散射衍射只发生在样品表面以下 10~50 nm 厚的区域^[2]，试样表面的残余应变层（或称变形层、扰乱层）、氧化膜以及腐蚀坑等缺陷都会影响甚至完全抑制 EBSD 的发生，因此样品制备是 EBSD 分析中至关重要的环节。样品制备过程必须消除任何表面缺陷，以排除误差。样品表面必须足够光滑，以避免在样品的衍射图样上形成阴影，同时必须保证试样表面没有抛光所造成的加工应变层，试样表面没有氧化膜以及连续的腐蚀坑^[3]。

为获得高质量的抛光表面，EBSD 最终制样技术主要包括：机械抛光、化学抛光、电解抛光、离子抛光等^[2]。机械抛光适于硬材料，如陶瓷。化学抛光是通过化学腐蚀剂与样品表面发生反应，去除样品残余应变层、不平表面等。电解抛光适合于导电金属^[4]或较软材料^[5]。传统方法无法制备太硬或太软的材料，而离子抛光适用于传统金相法难以制备的材料（如锆及其合金）、电解参数不一致的多相材料（如复合材料）或需截面制样时。

电解抛光法利用金属阳极电化学原理^[6]，阴极与试样（阳极）形成电解间隙，在电解液中通直流电，试样表面发生阳极溶解，逐步变平整，达到除去变形层、降低表面粗糙度的目的，可以很好地去除残留在样品表面的应力层，对于大批量单相块体导电材料是广泛应用的快速制样方法^[7]。以往较多采用经验试错的方法^[8-10]，来寻找适合某类样品的制样参数，其实验量大，且缺少理论依据，不利于电解抛光法在 EBSD 试样制备中的使用。本文基于金属阳极电化学原理，通过电化学反应连续曲线及微观形貌研究电解抛光法

制备 EBSD 试样的理论路线和方法，并对铝合金 2024 进行电解抛光，以制备 EBSD 试样，完成 EBSD 实验。

1 实验

1.1 实验材料

实验选用商用 2024 铝合金，其化学成分如表 1 所示。试样通过线切割截为 10 mm 的等长小段。

表 1 2024 铝合金的化学成分
Tab.1 Chemical composition of 2024 aluminum alloy wt. %

| Cu | Mg | Mn | Fe | Si | Zn | Ti | Cr | Al |
|-----|-----|-----|-----|-----|------|------|-----|------|
| 4.2 | 1.3 | 0.6 | 0.5 | 0.5 | 0.25 | 0.15 | 0.1 | Bal. |

1.2 实验方法

根据 GB/T 3246.1—2012《变形铝及铝合金制品组织检验方法》，选用分析纯高氯酸无水乙醇（1+9）溶液作为电解液，电解停止液采用 5%硝酸溶液。电解结束后用超声波清洗，以去除表面残余溶液及电荷。

将试样磨去线切割后端面 1 mm 厚度^[11]，以去除切割损伤及氧化层，再用砂纸由粗到细将试样打磨平整，然后用 2.5、1.5 μm 抛光膏将试样抛至镜面，无肉眼可见划痕。

电解抛光装置示意图如图 1 所示，阳极为铝合金 2024，阴极为 304 不锈钢，阳极与阴极距离为 1.5 cm，采用冰水混合液冷却^[12]。采用恒电位法中的静态法，在控制被测电极电位不变的情况下，测量电流值，并获得阳极极化曲线。试样电解区域固定在 φ6 mm 的圆孔挡板内，不需电解的部分被绝缘挡板阻隔。因此电流值与电流密度的值成正比。

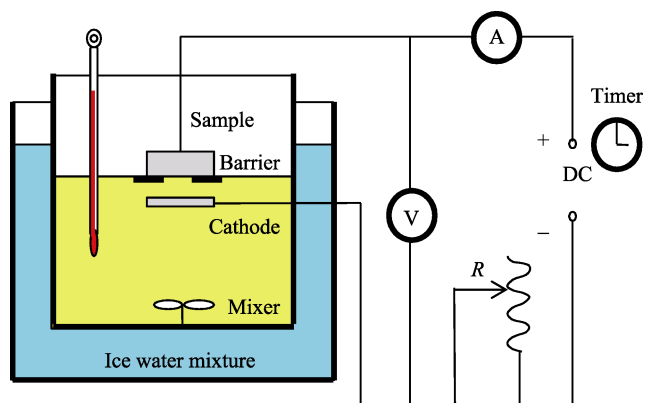


图1 电解装置示意图

Fig.1 Electropolishing device schematic diagram

为观察电解抛光后表面的微观形貌,在电解抛光结束后立即采用扫描电子显微镜观察表面,避免氧化。

2 实验结果及讨论

2.1 电流稳定时间

在测定阳极极化曲线时,为减少外部干扰,保证体系维持稳态,在测量电流密度时应当选定一个长时间保持稳定的电流值。因此,在电压不变的情况下,首先应确定使电流保持稳定的时间。设定不同随机电压值并进行长时间电解实验,每组实验进行3次,各随机电压下电流稳定情况如表2所示。由多组定电压电流-时间变化数据比较可以看出,电流在达到稳定后持续到90 s能够获得相对稳定的电流值,因此将阳极极化曲线^[13]的测定时间定为90 s。

表2 电流的稳定情况
Tab.2 Current stability

| No. | 30 s | 60 s | 90 s | 120 s | 150 s |
|-----|----------|------------------|------------------|------------------|----------|
| 1 | Unstable | Unstable | Generally stable | Unstable | Unstable |
| 2 | Unstable | Generally stable | stable | Unstable | Unstable |
| 3 | Unstable | Unstable | stable | Generally stable | Unstable |

2.2 阳极极化曲线

在设定电压为10、12、14、16、18、20、22、24、26、28、30、31、32、33、34、35 V时,进行90 s阳极极化曲线测定。针对每个电压值做三次实验,得到稳定电流的平均值,如表3所示。阳极极化曲线如图2所示。

根据理论的阳极极化曲线,如图3所示,将电解抛光过程分为六个阶段:O-A、A-B、B-C、C-D、D-E、E-F。

表3 各实验电压下电流值

Tab.3 Current value under each experimental voltage

| Voltage/V | Current1/A | Current2/A | Current3/A | Average value/A |
|-----------|------------|------------|------------|-----------------|
| 10 | 0.12 | 0.13 | 0.13 | 0.13 |
| 12 | 0.19 | 0.15 | 0.16 | 0.17 |
| 14 | 0.21 | 0.16 | 0.17 | 0.18 |
| 16 | 0.20 | 0.18 | 0.19 | 0.19 |
| 18 | 0.27 | 0.23 | 0.17 | 0.22 |
| 20 | 0.23 | 0.25 | 0.24 | 0.24 |
| 22 | 0.26 | 0.26 | 0.26 | 0.26 |
| 24 | 0.29 | 0.27 | 0.28 | 0.28 |
| 26 | 0.26 | 0.29 | 0.30 | 0.28 |
| 28 | 0.27 | 0.34 | 0.35 | 0.32 |
| 30 | 0.36 | 0.30 | 0.32 | 0.33 |
| 31 | 0.34 | 0.33 | 0.31 | 0.33 |
| 32 | 0.37 | 0.34 | 0.35 | 0.35 |
| 33 | 0.40 | 0.37 | 0.37 | 0.38 |
| 34 | 0.37 | 0.44 | 0.47 | 0.43 |
| 35 | 0.42 | 0.45 | 0.45 | 0.44 |

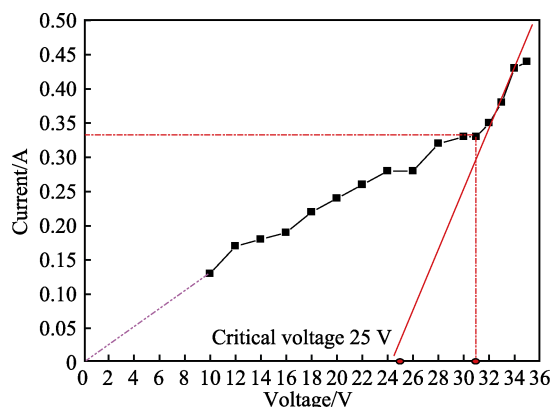


图2 铝合金2024阳极极化曲线

Fig.2 Anodic polarization curve of aluminum alloy 2024

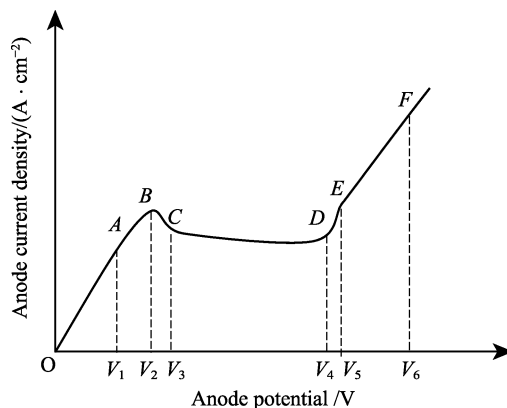
图3 理论阳极极化曲线^[14]

Fig.3 Theoretical anodic polarization curve

电解抛光致表面平滑的Jacquet黏膜模型^[15]如图4所示。电解抛光初期(A-B段),凸起处顶部金属溶解比凹陷处更加剧烈,这是由于此阶段释放电子,

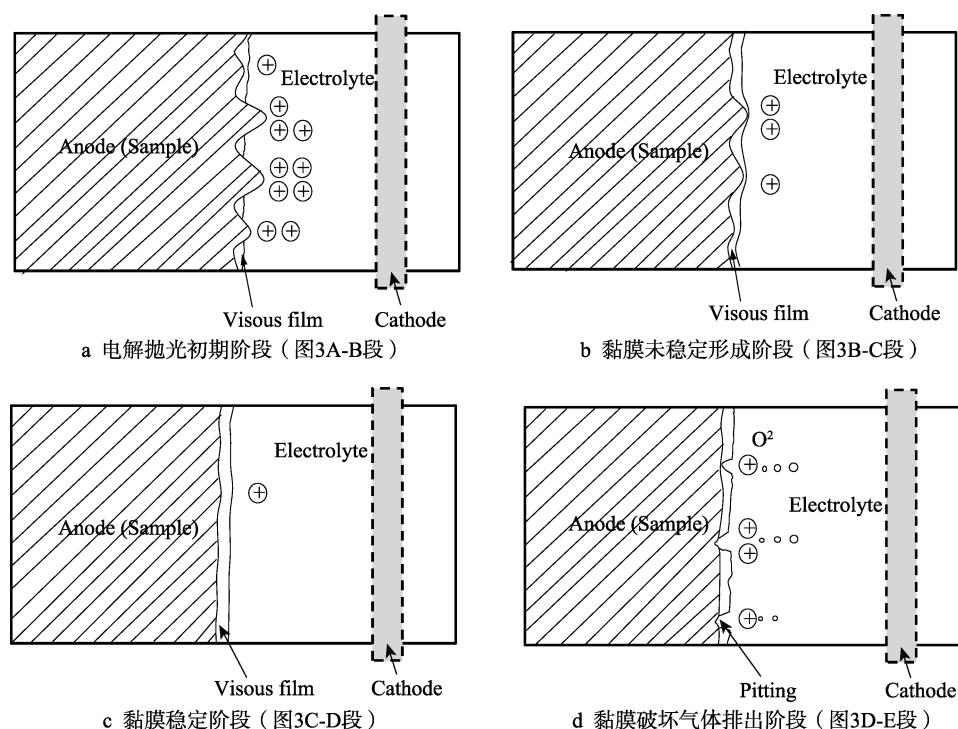


图 4 随电压增加电解抛光致表面平滑原理示意图

Fig.4 Schematic diagram of surface smoothing by electropolishing with increasing voltage: a) at the beginning of electropolishing A-B in fig.3; b) unstable viscous film B-C in fig.3; c) stable viscous film C-D in fig.3; d) destructed viscous film and gas discharge D-E in fig.3

生成金属阳离子，黏膜^[16]未完全形成。随着电压增大（B-C 段），金属的阳极溶解产物填满了所有凹陷，但由于表面未完全平滑，还存在不均匀溶解的情况，金属阳离子在凸起处顶部向电解液中扩散较为容易，因此黏膜比在凹陷处要薄，此时电流不稳定。随后形成逐渐平滑的黏膜层，即试样表面平整（C-D 段）。当电压再增大时，将导致黏膜分解，并加剧黏膜破坏，阳极缺陷处（如晶界，空位）形成蚀坑（E-F 段）。

阳极离子反应为：



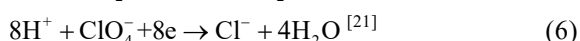
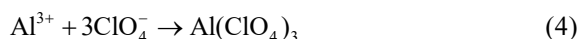
O^{2-} 在阳极附近析出，会与阳极的 Al^{3+} 反应，沉积在凹陷处^[17]。凹陷处生成黏膜的反应为：



实验证明，形成的黏膜主要成分为氧化物 Al_2O_3 ^[18]，厚度约几个纳米^[19]。

通常电解液主要有两种功能：一是金属表面的钝化，二是金属离子的溶解。此处所用分析纯高氯酸无水乙醇(1+9)电解液为稀酸，主要用作金属离子的溶解。乙醇作为金属离子溶解后产物的溶剂及稳定剂^[20]。

金属离子的溶解反应为：



对比图 3 中 O-A 段可知，图 2 中电压范围为 0~16 V 的阶段为电流上升阶段。这时阳极材料在酸的作用下形成点蚀——局部腐蚀，由于表面粗糙，这一阶段的腐蚀不是金相制备意义上的腐蚀。电流随着阳极电压的增大而逐渐增大，为电解抛光准备前期。

对比图 3 中 A-B 段（图 4a），图 2 中 16~24 V 段的电压升高，阳极开始失去电子，生成 Al^{3+} ，此时阳极金属表面处于活性溶解状态，金属阳离子扩散进入电解液中。随电压升高，阳极溶解的速度也在增加，阳极电流随着电压的增大而快速增大。当 Al^{3+} 富集程度达到极值时^[19]，金属阳离子开始在凹陷处生成黏膜。此时，试样表面仍处于不平整状态，没有抛光效果。

对比图 3 中 B-C 段（图 4b），图 2 中 24~26 V 段与电流平稳下降阶段符合，阳极电流随着阳极电压的增大反而减小。这时电压还在增大，金属阳离子的生成速度比之前更大，金属阳离子持续在试样表面生成黏膜，但是由于电压不够高，达不到 Al^{3+} 富集程度，生成黏膜速度小于金属阳离子生成及溶解在电解液中的速度。在这个过程中，试样表面和黏膜都不平整、稳定。从抛光角度来说，还未能达到理想的抛光效果。阳极工件的表面形成了连续黏膜（此时的黏膜厚薄不均，不稳定）。电阻增大，进而电压增大，电流减小。

对比图 3 中 C-D 段（图 4c），图 2 中 28~31 V 阶段与电流平稳阶段特征吻合。随电压增大， Al^{3+} 的生成程度、富集程度与黏膜的生成速度达到平衡，试样表面的凸起完全溶解，金属表面的黏膜生长完全，并

且均匀稳定,是理想的抛光效果。由于稳定平整的黏膜持续增厚,在保持这种平衡的过程中,电阻增大,进而电压增大,但电流值基本保持不变。

对比图 3 中 D-E 段(图 4d),图 2 中 31~32 V 段为电流不稳定上升阶段。取电流持续上升阶段的斜率与电压横坐标相交处的电压值 25 V 为理论最低分解电压。因此最佳电压应在 25~31 V 中进一步选择。这一阶段的电压已经达到黏膜破坏分解、氧气析出的电压值。阳极电流会随着阳极电压的增大而迅速增大,并且工件表面会出现大量气泡,但是气泡的压力不大,不足以让它们离开试样表面,因此试样表面会聚集大量的气泡,从而影响到抛光效果。此过程中阳极气体析出现象可表示为:



对比图 3 中 E-F 段,图 2 中电压 32~35 V 阶段为电流稳定上升阶段。对应电压值已变得非常大,阳极析氧反应剧烈。一方面,黏膜被分解破坏,试样表面会聚集大量的气泡,且气泡离开试样表面向外扩散;另一方面,黏膜分离,打破了平衡,金属会暴露出来^[22],与酸发生腐蚀反应。不耐腐蚀的部位(如晶界、相界)表面会再次变得凹凸不平。这一阶段,金属表面会出现点蚀——金相制备意义上的腐蚀阶段。图 5 为在

35 V 下获得的电解腐蚀表面光学显微镜照片,可以看到清晰的晶界、相界和晶内结构。

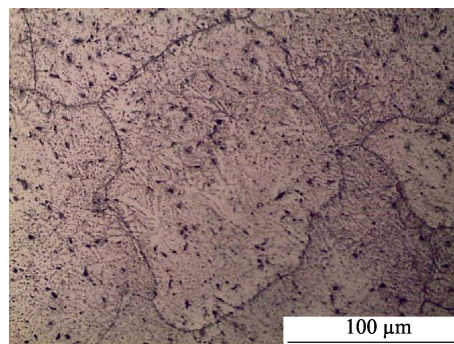


图 5 电解腐蚀金相照片

Fig.5 Electrolytic corrosion metallography

此外,过大的电压会导致阴极有大量氢气析出,在气体的搅动下,溶液呈沸腾状,也会出现过蚀、烧伤、黑斑等缺陷影响表面质量。因此 35 V 应为铝合金 2024 电解抛光的最大电压。

2.3 最佳电压

在光学显微镜和扫描电子显微镜下观察金相,并拍摄 25、26、27、28、29、30、31 V 电解抛光后表面形貌的二次电子图像。部分形貌图列于图 6,从图

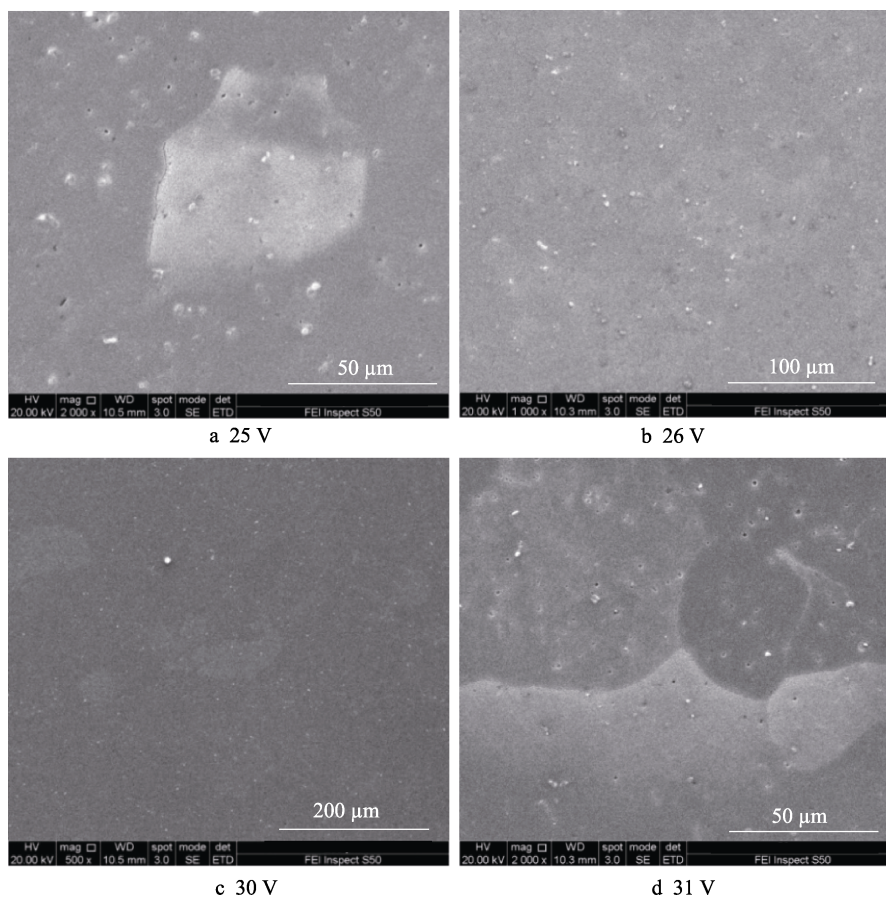


图 6 电解抛光表面二次电子图像

Fig.6 Secondary electron image on electropolishing surface

中可以看出，相比于其他电压，31 V 抛光电压下试样表面的二次电子图像能显现出明晰的表面形貌，因此确定 31 V 为最佳抛光电压。

2.4 最佳抛光时间

以 31 V 为抛光电压，采集电流数据，重复三次，取电流平均值，并绘制电流随时间的变化曲线，如图 7 所示。

在最佳电压下持续增加抛光时间对抛光表面的影响与图 4 所述持续增大电压一致。抛光时间太短，试样表面黏膜未完全形成，凹凸不平区域较多，组织不清晰，未达到抛光效果。抛光时间太长，导致电解槽内电压升高，气体产生剧烈，气体逸出速度小于气体生成速度，使表面某些部位受气体保护而绝缘，形成了局部不溶解现象，生成麻点，破坏了原有的抛光效果。合适的抛光时间会使黏膜完整生成，此时黏膜电阻最大，表现为电流最小。由图 7 可知，电流在 12 s 时达到最小值，表明完整黏膜形成，此时黏膜电

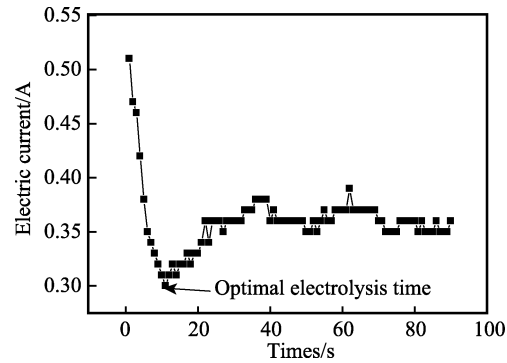


图 7 电流随时间的变化曲线
Fig.7 Current vs. time curve

阻最大，且在电解液中的阳离子数量最少，电流最小，是理论上最佳的抛光时间，如图 4c 所示。电流在 25 s 后基本进入稳定状态。为使结果更具有参考性，取 9、12、15、18、21、25、28、31 s 进行电解抛光实验，并在扫描电子显微镜下观察抛光表面二次电子图像，如图 8 所示。

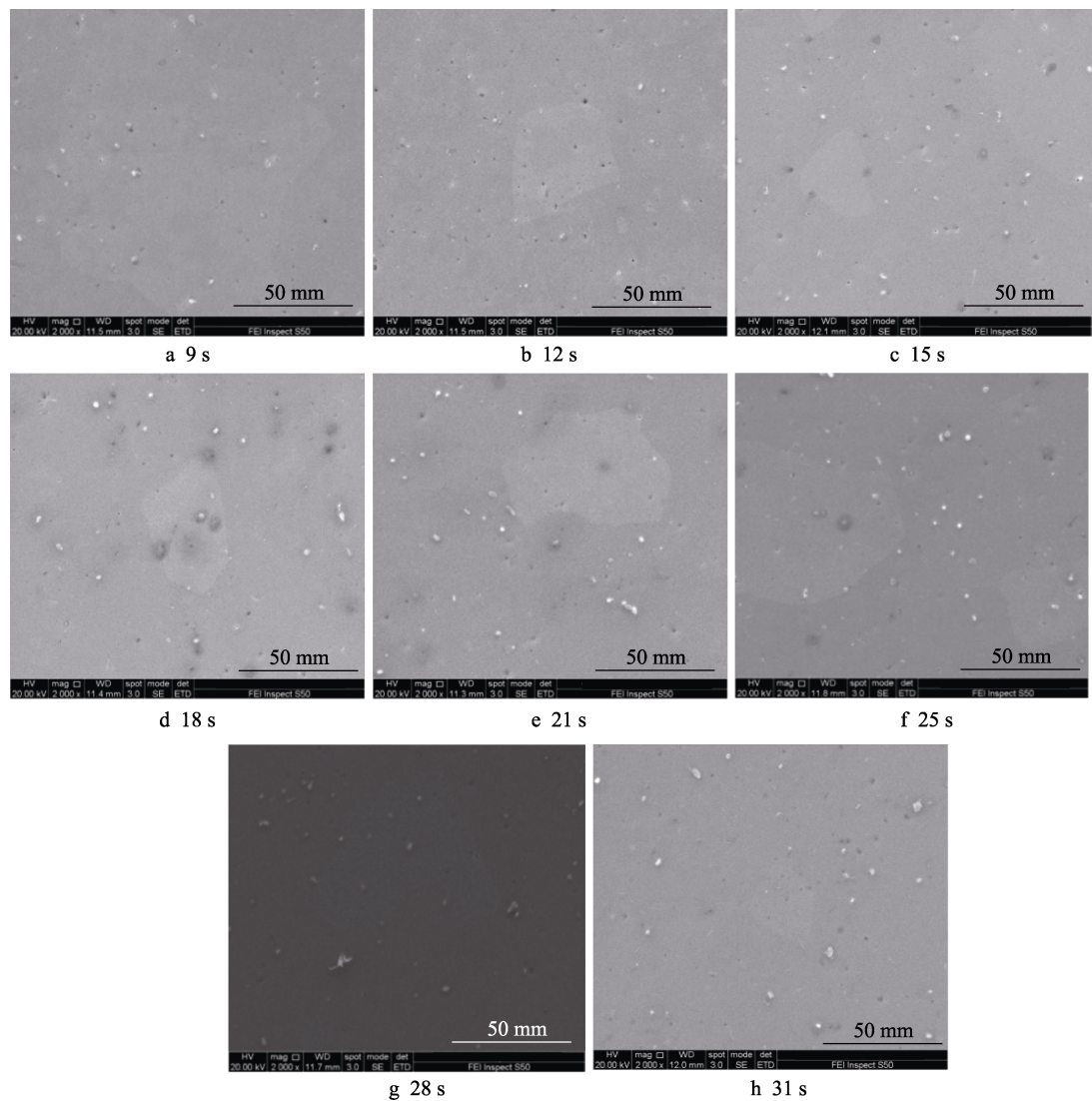


图 8 电压为 31 V 时抛光不同时间的表面二次电子图像
Fig.8 Secondary electron image on polished surface for different polishing time at a voltage of 31 V

由电化学原理、电流随时间的变化曲线(图7)及抛光表面二次电子图像(图8)可知,抛光时间为12 s是显示清晰表面的最佳时间。

2.5 其余影响因素

在电解抛光过程中,搅拌对电解抛光效果也有影响,可使电解液温度保持整体恒定和溶质均匀。采用搅拌的方法,能减小溶液的浓差极化,使电解液的浓度均匀,而且会促使阳极气泡尽快逸出,提高试样的抛光质量。因此,提高搅拌速度对抛光质量有促进作用,对电解抛光表面的均匀性有提升作用。

电解抛光温度会影响阳极极化曲线的取值,即影响理论分解电压^[23]。由于氯酸类的电解液容易发热,所以保持电解液温度在5℃^[12]。

2.6 EBSD 实验

综上所述,铝合金2024的电解抛光条件为:电压31 V,抛光时间12 s。在冰水混合液冷却条件下进行电解抛光,可获得平整、无残余应力的抛光表面。按照上述工艺制备出EBSD样品,在SEM平台下将样品倾转约70°,进行EBSD测试,样品标定率约为97%。

入射电子束与样品作用产生高角菊池花样,角覆盖范围可达近65°,由HKL-Channel 5获得的菊池花样如图9所示。经软件计算其菊池极的晶带轴指数为[011]、 $[\bar{1}12]$ 、[112]、[013]、 $[\bar{1}03]$ 、[001]、[103]、 $[0\bar{1}3]$ 。菊池极是同一晶带的菊池线对的中线(图9中黄色虚线所示)交于一点,构成一对称中心,该对称中心就是晶带轴与荧光屏的交点。菊池带放大了各晶面和投影面上的截痕,从菊池带就能想象出样品中对应晶面的取向或方位,因此清晰的菊池花样是精确进行晶体学研究的前提^[1]。

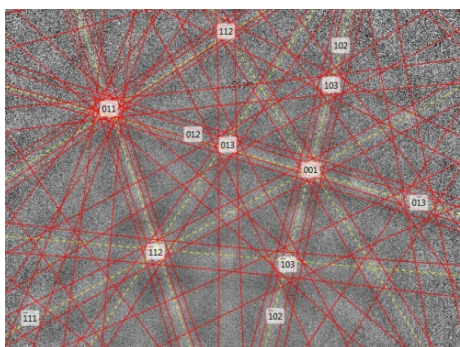


图9 电解抛光表面菊池带

Fig.9 Kikuchi band on electropolishing surface

菊池带衬度图(EBSD band contrast map)如图10所示。花样质量图可反映出样品在EBSD表征中的花样质量,它对应于样品中的点阵缺陷及内应力的大小,花样越清晰,则缺陷或内应力越小。由图可见,各晶粒形貌清晰,表明样品表面干净、平整,无抛光引入的变形。

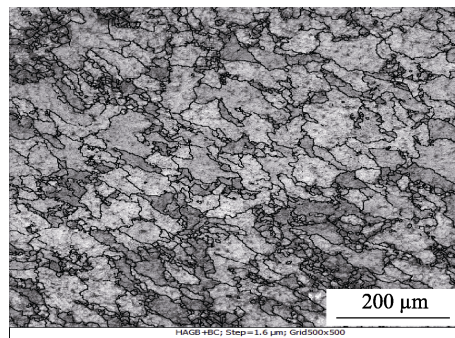


图10 铝合金2024菊池带衬度图

Fig.10 EBSD band contrast map for aluminum alloy 2024

3 结语

利用电化学原理及阳极极化曲线和电流随时间的变化曲线,通过理论分析和实验验证,获得电解抛光法制备EBSD试样的方法。铝合金2024最优抛光电压为31 V,在35 V及以上进行抛光会出现电解腐蚀现象,局部出现黑斑,抛光电压不宜高于此值。固定电压,利用电流-时间曲线找到电流最低的点,其对应的时间为12 s,并结合不同时间的二次电子图像,获得最佳抛光时间为12s。此工艺下制备的铝合金EBSD样品标定率约为97%,是理想的电解抛光工艺。其他金属块体导电材料和其他需要电解抛光的实验类型,亦可以利用极化曲线、电流-时间曲线并辅助SEM二次电子图像,找到最佳电解抛光工艺值。

参考文献:

- [1] 杨平. 电子背散射衍射技术及其应用[M]. 北京: 冶金工业出版社, 2007.
YANG Ping. Electron backscatter diffraction technique and its application[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2007.
- [2] 雷娜, 赵西成, 杨西荣. 工业纯钛电子背散射衍射试样的制备[J]. 材料导报, 2011, 25(5): 203-208.
LEI Na, ZHAO Xi-cheng, YANG Xi-rong, et al. Commercial pure titanium sample preparation for EBSD[J]. Materials reports, 2011, 25(5): 203-208.
- [3] WYNICK G L, BOEHLERT C J. Use of electropolishing for enhanced metallic specimen preparation for electron backscatter diffraction analysis[J]. Materials characterization, 2005, 55(3): 190-202.
- [4] 张兵, 林兆霞, 郭强, 等. 强制冷却搅拌摩擦加工2024铝合金晶粒特征[J]. 稀有金属材料与工程, 2015, 44(6): 1479-1483.
ZHANG Bing, LIN Zhao-xia, GUO Qiang, et al. Evolution of grain characteristics of forced cooling friction stir processed 2024 aluminum alloy[J]. Rare metal materials and engineering, 2015, 44(6): 1479-1483.

- [5] 黄朝训, 杨守生. 电解抛光在铝导线熔痕金相试样制备中的应用[J]. 武警学院学报, 2018, 34(8): 27-31.
HUANG Chao-xun, YANG Shou-sheng. Application of electrolytic polishing in preparing metallographic specimens of aluminum wire melted marks[J]. Journal of the armed police academy, 2018, 34(8): 27-31.
- [6] JACQUET P A. Electrolytic polishing of metallic surfaces[J]. Metal finishing, 1949, 47(5): 48-54.
- [7] FAN H Y, LIU S F, GUO Y, et al. Quantifying the effects of surface quality on texture measurements of tantalum[J]. Applied surface science, 2015, 339: 15-21.
- [8] 关新兴, 卢磊, 钟政烨. 电解抛光工艺对工业纯钛表面特性的影响[J]. 电镀与涂饰, 2019, 38(9): 426-430.
GUAN Xin-xing, LU Lei, ZHONG Zheng-ye. Effect of electropolishing process on surface characteristics of commercial pure titanium[J]. Electropolishing and finishing, 2019, 38(9): 426-430.
- [9] 蒋秋妹, 顾沛沛, 莫灼强, 等. 7075 铝合金铸锭晶粒组织金相显示方法研究[J]. 轻工科技, 2018, 34(10): 55-56.
JIANG Qiu-mei, GU Pei-pei, MO Zhuo-qiang, et al. Study on metallographic display method of grain structure in 7075 aluminum alloy ingot[J]. Light industry science and technology, 2018, 34(10): 55-56.
- [10] 刘坤坤, 孙伶俐, 何声馨, 等. 316 不锈钢电解抛光最佳参数试验研究[J]. 表面技术, 2018, 47(8): 288-294.
LIU Kun-kun, SUN Ling-li, HO Hsin-shen, et al. Optimal parameters of electro-polishing for 316 stainless steel[J]. Surface technology, 2018, 47(8): 288-294.
- [11] 范沥元, 代绪成. 双相不锈钢焊接接头宏观金相试样的制备[J]. 理化检验(物理分册), 2019, 55(3): 169-171.
FAN Li-yuan, DAI Xu-cheng. Preparation of macro metallographic samples of duplex stainless steel welded joints [J]. Physical testing and chemical analysis (Part A: Physical testing), 2019, 55(3): 169-171.
- [12] 陈长科, 徐亚军. 高纯铝显微组织的电解抛光工艺研究[J]. 中国金属通报, 2017(7): 53-54.
CHEN Chang-ke, XU Ya-jun. Study on electropolishing process of high purity aluminum microstructure[J]. China metal bulletin, 2017(7): 53-54.
- [13] SHI Z M, JIA J X, ANDREY A. Galvanostatic anodic polarisation curves and galvanic corrosion of high purity Mg in 3.5% NaCl saturated with $Mg(OH)_2$ [J]. Corrosion science, 2012, 60: 298-308.
- [14] 李异, 刘俊泉, 李建三. 金属表面抛光技术[M]. 北京: 化学工业出版社, 2006.
LI Yi, LIU Jun-quan, LI Jian-san. Metal surface polishing technology[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2006.
- [15] AEBERSOLD J F, STADELMANN P A, MATLOSZ M. A rotating disk electropolishing technique for TEM sample preparation[J]. Ultramicroscopy, 1996, 62: 157-169.
- [16] 和广庆, 李翠翠. AP1000 蒸汽发生器电解抛光技术研究[J]. 热加工工艺, 2017, 46(12): 138-140.
HE Guang-qing, LI Cui-cui. Research on electropolishing technology for AP1000 steam generator[J]. Hot working technology, 2017, 46(12): 138-140.
- [17] KIKUCHI T, WACHI Y, SAKAIRI M. Aluminum bulk micromachining through an anodic oxide mask by electrochemical etching in an acetic acid/perchloric acid solution[J]. Microelectronic engineering, 2013, 111: 14-20.
- [18] UCHIDA H, IKEDA N, WATANABE M. Electrochemical quartz crystal microbalance study of copper adatoms on gold electrodes Part II. Further discussion on the specific adsorption of anions from solutions of perchloric and sulfuric acid[J]. Journal of electroanalytical chemistry, 1997, 424: 5-12.
- [19] WANG Z, LV K, ZHENG J K. Atomic-scale characterization of interfaces between 2A70 aluminum alloy matrix and Cu-enriched layer after electropolishing[J]. Materials characterization, 2019, 150: 150-154.
- [20] YI Rong, ZHANG Yi, ZHANG Xin-quan. A generic approach of polishing metals via isotropic electrochemical etching[J]. International journal of machine tools and manufacture, 2020, 150: 1-11.
- [21] LANG G, UJVARI M, HORANYI G. On the reduction of ClO_4^- ions in the course of metal dissolution in $HClO_4$ solutions[J]. Corrosion science, 2003, 45: 1-5.
- [22] MA Y, ZHOU X, THOMPSON G E, et al. Anodic film growth on Al-Li-Cu alloy AA2099-T8[J]. Electrochimica acta, 2012, 80: 148-159.
- [23] 范丽霞, 李萌, 贾涓. 电解抛光法制备钛合金 EBSD 样品[J]. 物理测试, 2018, 36(1): 37-41.
FAN Li-xia, LI Meng, JIA Juan. Preparation of titanium alloy samples via electropolishing for EBSD analyzing[J]. Physics examination and testing, 2018, 36(1): 37-41.