

STEVAN STOJADINOVIĆ<sup>1</sup>, JELENA BAJAT<sup>2</sup>,  
RASTKO VASILIC<sup>3</sup>, VESNA MIŠKOVIĆ -STANKOVIĆ<sup>2</sup>

Originalni naučni rad  
UDC:620.197.5669.7

## Karakterizacija oksidnih slojeva dobijenih plazma elektrolitičkom oksidacijom aluminijuma u natrijum volframatu

*U radu su prikazana ispitivanja morfologije i faznog sastava površina oksidnih slojeva dobijenih metodom plazma elektrolitičke oksidacije aluminijuma u 0.1 M vodenom rastvoru natrijum volframatu pri stalnoj gustini struje od 15 mA/cm<sup>2</sup>, kao i njihova koroziona stabilnost. Pokazano je da hrapavost dobijenih slojeva raste sa vremenom trajanja procesa, dok mikro tvrdoća uzoraka dostiže maksimalnu vrednost posle 5 minuta od početka procesa i posle tog vremena opada. Oksidni slojevi su delimično kristalizovane i uglavnom se sastoje od  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>,  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> i WO<sub>3</sub>, a sadržaj  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> raste sa trajanjem PEO procesa. Dobijeni oksidni slojevi imaju veću impedansu od čistog aluminijuma, pri čemu dužem vremenu PEO procesa ne odgovara i najveća impedansa. Najveću korozionu stabilnost su pokazali oksidni slojevi dobijeni posle 7.5 minuta od početka anodizacije.*

**Ključne reči:** aluminijum, plazma elektrolitička oksidacija, mikro tvrdoća, SEI, korozija

### 1. UVOD

Plazma elektrolitička oksidacija (PEO) je ekološki čista tehnologija koja omogućava dobijanje oksidnih slojeva na aluminijumu, magnezijumu, titanijumu, cirkonijumu, tantalu i drugim lakim metalima, kao i na njihovim legurama [1-5]. Dobijeni oksidni slojevi imaju kontrolisanu morfologiju i sastav, odlično se vezuju za podlogu koja se anodizira, imaju izvanredne električne i termičke osobine, veliku tvrdoću, otpornost na habanje i koroziju, itd. [6-8]. Ove osobine čine oksidne slojeve dobijene PEO procesom pogodne za primenu u vazduhoplovstvu, automobilskoj industriji, tekstilnoj industriji, biomedicinskim uređajima, itd.

PEO je kompleksan proces koji uključuje istovremeno procese formiranja oksidnog sloja, rastvaranja i dielektričkog proboja. Na početku oksidacije na substratu se formira tanak barijerni anodni oksidni sloj. Debljina ovog sloja je ograničena na nekoliko stotina nanometara, zbog dielektričkog proboja usled jakog električnog polja (10<sup>7</sup> V/cm), koji je praćen pojavom mikro pražnjenja preko cele površine oksida i intenzivnim izdvajanjem gasa. Veliki broj kanala za pražnjenje se pojavljuje na defektima u površinama oksida [9] i lokalno velike gustine struje se stvaraju na mestima nečistoća težeći da popune defekte i prekinu lokalna pražnjenja. Mikro pražnjenja dovode do lokalizovanih visokih temperatura i pritiska (10<sup>3</sup> K do 10<sup>4</sup> K i 10<sup>2</sup> MPa do 10<sup>3</sup> MPa) [10,11], omogućavajući formiranje oksidnih slojeva koje se sastoje, ne samo od čistog oksida substrata koji se anodizira, već i od oksida koji sadrži i komponente elektrolita [12].

Adrese autora: <sup>1</sup>Univerzitet u Beogradu, Fizički fakultet, Beograd, <sup>2</sup>Univerzitet u Beogradu, Tehnološko-metalurški fakultet, Beograd, <sup>3</sup>Fakultet zaštite životne sredine, EDUCONS Univerzitet, Sremska Kamenica

Rad primljen: 18. 03. 2013.

U ovom radu su prikazani rezultata istraživanja mikro tvrdoće i korozione stabilnosti oksidnih slojeva dobijenih PEO procesom na aluminijumu u vodenom rastvoru natrijum volframata (Na<sub>2</sub>WO<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O). Oksidni slojevi na aluminijumu koji sadrže volfram su od interesa zbog njihovih katalitičkih, poluprovodničkih i korozivnih osobina [13,14].

### 2. EKSPERIMENTALNI DEO

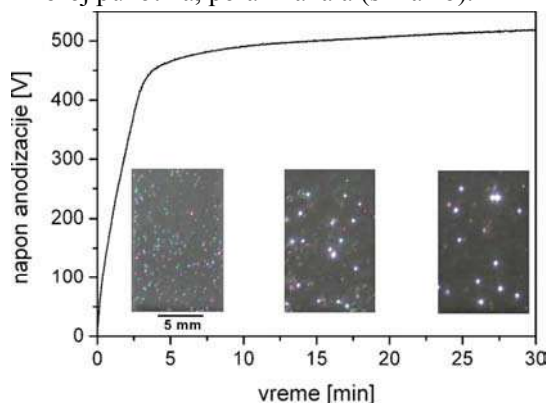
Anodni oksidni slojevi formirani su na aluminijumskim uzorcima dimenzija 30 mm x 10 mm 0.12 mm i 99.7 % čistoće. Pre anodizacije aluminijumski uzorci su čišćeni acetonom u ultrazvučnoj kadi. Anodizacija aluminijuma je vršena u režimu konstantne gustine struje od 15 mA/cm<sup>2</sup> u elektrolitičkoj ćeliji na temperaturi od 20 °C.

Morfologija i mehaničke osobine oksidnih površina (hrapavost i mikro tvrdoća) su ispitivane pomoću AFM mikroskopa (AFM; Veeco Instruments, model Dimension V). Hrapavost i mikro tvrdoća (odnos primenjene sile indentacije i 2D utisnute površine) su dobijene korišćenjem diNanoScope softvera (verzija 7.0) i prezentirane vrednosti su izračunate kao srednja vrednost za nekoliko različitih uzoraka dobijenih pod istim uslovima anodizacije. Kristaliničnost oksidnih slojeva je analizirana pomoću Phillips PW 1050 X-ray difraktometra.

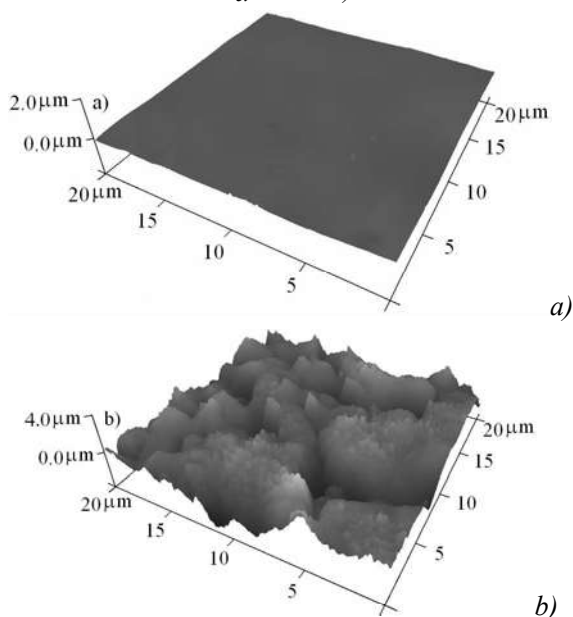
Koroziona stabilnost oksidnih slojeva dobijenih PEO procesom na aluminijumu je određivana polarizacionim merenjima, snimanjem polarizacionih krivih u rastvoru 3 % NaCl, kao i spektroskopijom elektrohemijske impedancije (SEI) u istom rastvoru. Gustine struje korozije,  $j_{kor}$ , su procenjene iz preseka anodne Tafelove prave sa potencijalom otvorenog kola (POK). Impedansni dijagrami su dobijeni na potencijalu otvorenog kola korišćenjem Reference 600 potencioštata/galvanostata/ZRA (Gamry Instruments), u opsegu frekvencija od 100 kHz do 0,01 Hz, korišćenjem amplitude naizmeničnog napona od 7 mV.

## 3. REZULTATI I DISKUSIJA

Na slici 1 je dat tipičan oblik krive zavisnosti napona od vremena u toku anodizacije aluminijuma u 0.1 M  $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ . Od početka anodizacije napon raste linearno sa vremenom do napona od oko 400 V (prvih 160 s). U ovoj fazi proces je sličan klasičnoj anodizaciji i primetan je relativno uniformni rast kompaktnog barijernog anodnog oksidnog sloja (slika 2a). Dalji proces anodizacije je praćen značajnim odstupanjem napona od linearne zavisnosti, koje počinje na tzv. probojnom naponu. Kako se napon anodizacije približava probojnom naponu, javlja se veliki broj mikro pražnjenja, ravnomerno raspoređenih preko cele površine oksida. Veličina mikro pražnjenja postaje veća, a gustina manja, sa vremenom anodizacije. Posle proboja na površini oksida se javlja veliki broj pukotina, pora i kanala (slika 2b).

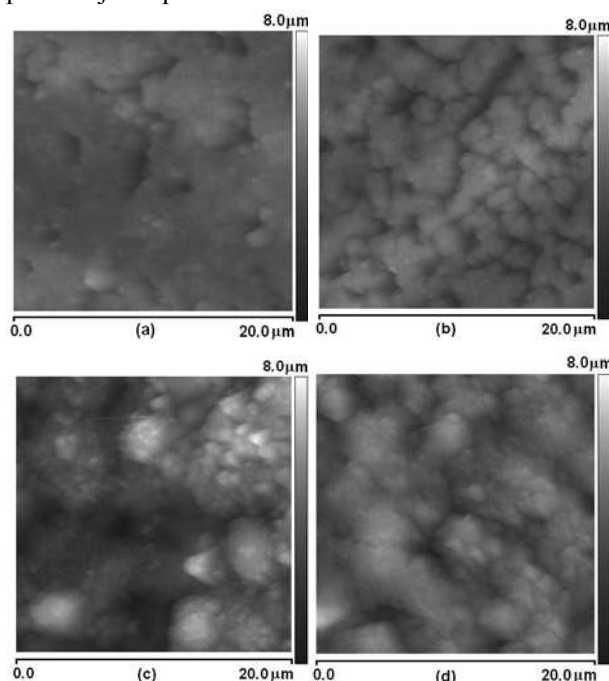


Slika 1 - Zavisnost napona u toku anodizacije aluminijuma u 0.1 M  $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  ( $j = 15 \text{ mA/cm}^2$ ,  $t_{el} = 20^\circ\text{C}$ )

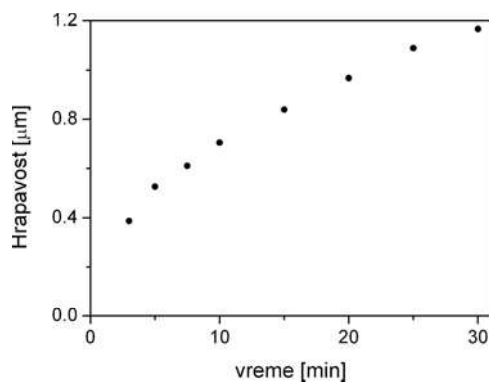


Slika 2 - 3D AFM slike površina oksida: a) pre probija (vreme anodizacije 100 s); b) posle probija (vreme anodizacije 180 s)

Morfologija oksidnih slojeva formiranih na aluminijumu (slika 3) jasno pokazuje da se broj mikro pora smanjuje, a njihova veličina raste tokom PEO procesa. Naime, mikro pražnjenja se generišu dielektričkim probojima kroz nepravilnosti u oksidnom sloju. Njihov broj se smanjuje tokom anodizacije, odnosno sa rastom oksidnih slojeva i samim tim se broj pražnjenja smanjuje. Porast veličine kanala za pražnjenja posledica je smanjenja mesta za proboj kroz koje prolazi veća gustina struje [9]. Takođe, deblji slojevi oksida imaju veću hrapavost (slika 4). U početnoj fazi PEO procesa, kanali za mikro pražnjenja su raspoređeni ravnomerno i površina oksida ima malu hrapavost. Kako se broj kanala za pražnjenje smanjuje sa vremenom PEO procesa, na površini oksida se javljaju neuniformnosti, što dovodi do povećanja hrapavosti.

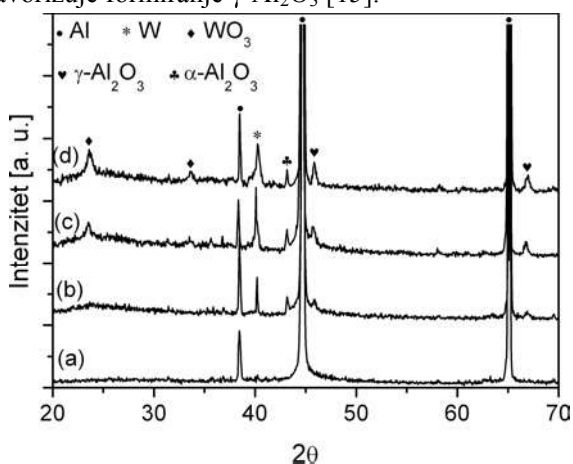


Slika 3 - AFM slike oksidnih površina u različitim etapama PEO procesa: a) 3 min; b) 5 min; c) 15 min; d) 30 min.



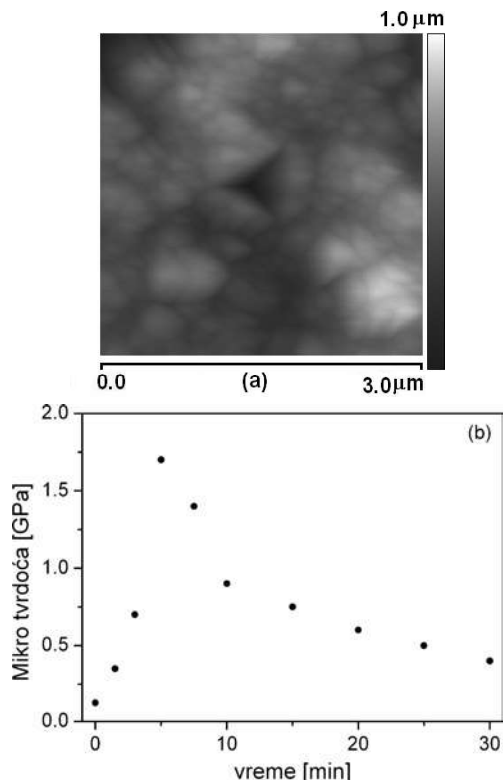
Slika 4 - Uticaj vremena PEO procesa na hrapavost površine oksida

XRD spektri za četiri oksidna sloja formirana PEO procesom u toku različitog vremena prikazani su na slici 5. Oksidni slojevi su delimično kristalizovane i uglavnom se sastoje od  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  i  $\text{WO}_3$ . Elementarni aluminijum uglavnom potiče od supstrata i zato su difrakcione linije aluminijuma toliko jake. Sadržaj  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  raste sa vremenom PEO procesa. U toku PEO procesa istopljena alumina se izbacuje kroz kanale za pražnjenje i njen kontakt sa elektrolitom dovodi do brzog očvršćavanja na granici oksid-elektrolit. Brzo očvršćavanje alumine favorizuje formiranje  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  [15].



Slika 5 - XRD spektri oksida u različitim etapama PEO procesa: (a) 3 min; (b) 5 min; (c) 15 min; (d) 30 min.

Morfologija dobijenih površina je ograničavajući faktor za određivanje mikro tvrdoće primenom AFM-a. Da bi izračunali mikro tvrdoću potrebne su velike ravne površine uzoraka. Kao što je već pokazao na AFM slikama (slika 3) površine oksida imaju veliki broj nepravilnosti i veoma veliku hrapavost. Nanoindentacija ovih površina je često praćena pucanjem velikog dela površine bez, ili sa slabo definisanim otiskom dijamanatskog nanoindentera. Zbog ovih ograničenja vrednosti mikro tvrdoće su dobijene kao srednja vrednost nekoliko merenja dobijenih iz različitih uzoraka (pripremljenih pod istim uslovima anodizacije). Slika 6a pokazuje primer oblasti nanoindentacije, dok je uticaj PEO vremena na mikro tvrdoću oksidnih slojeva prikazan na slici. 6b. Aluminijumski supstrat ima mikro tvrdoću oko 0.12 GPa, koja raste do oko 1.7 GPa u prvih pet minuta PEO procesa, a zatim počinje da opada. Ovo može biti posledica promene sastava faza (slika 5) i/ili promene poroznosti oksidnih slojeva (slika 3). U prvom slučaju, manja mikro tvrdoća je povezana sa povećanjem frakcije  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  kod uzoraka sa dužim vremenom PEO procesa, dok u drugom slučaju, smanjenje mikro tvrdoće potiče od povećane poroznosti i površinske hrapavosti površina oksida.

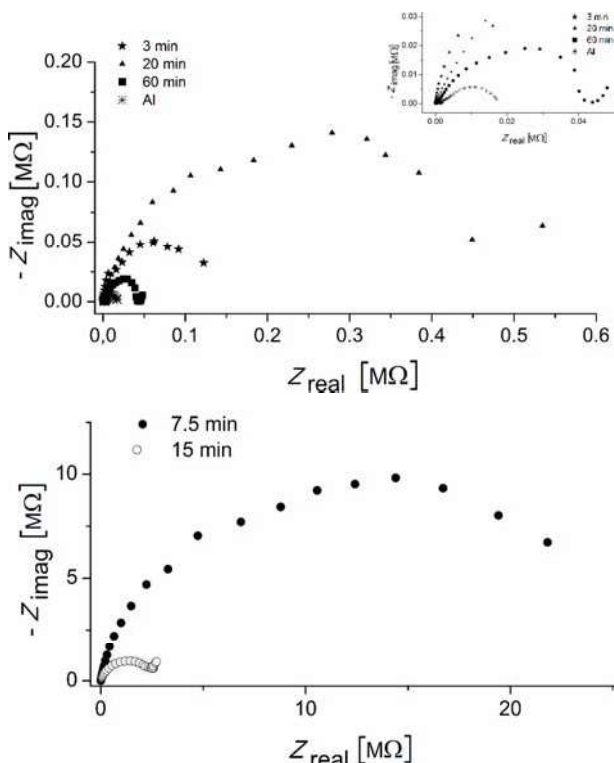


Slika 6 - (a) AFM slika PEO površine nakon procesa nanoindentacije; (b) Uticaj vremena PEO procesa na mikro tvrdoću oksidnih površina.

Koroziona stabilnost oksidnih površina formiranih PEO procesom u toku različitog vremena ispitivana je polarizacionim i SEI merenjima. Na slikama 7a i b prikazani su impedansni dijagrami u kompleksnoj ravni za različite uzorke posle 30 min delovanja korozionog agensa.

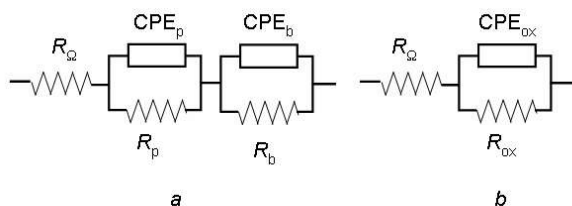
Sa slika 7 se vidi da svi oksidni slojevi imaju veću impedanciju od čistog aluminijuma, pri čemu dužem vremenu PEO procesa ne odgovara i najveća impedancija. Naime, impedancija oksidnih slojeva na aluminijumu dobijenih tokom 3, 7.5, 15 i 20 min je veća u odnosu na impedanciju oksidnog sloja dobijenog dugim PEO procesom od 60 min, kao i čistog aluminijuma. Fitovanje dobijenih eksperimentalnih SEI podataka je vršeno korišćenjem odgovarajućih ekvivalentnih električnih kola (slika 8) [16-20] i programa Gamry Instruments Echem Analyst, verzija 5.50.

PEO slojevi na aluminijumu se sastoje od dva oksidna sloja: unutrašnjeg, barijernog i spoljašnjeg, poroznog sloja. Parametri u ekvivalentnim električnim kolima na slici 8a su: otpornost elektrolita,  $R_{\Omega}$ , otpornost spoljašnjeg, poroznog sloja,  $R_p$ , otpornost unutrašnjeg, barijernog sloja,  $R_b$ , i elementi sa konstantnim faznim uglom,  $CPE_p$  i  $CPE_b$  se odnose na spoljašnji i unutrašnji oksidni sloj.



Slika 7 - Impedansi dijagrami u kompleksnoj ravni za oksidne slojeve formirane PEO procesom tokom različitog vremena, posle 30 min delovanja 3 % NaCl

Ekvivalentno električno kolo na slici 8b pored otpornosti elektrolita,  $R_{\Omega}$ , ima još i ukupnu otpornost oksidnog sloja,  $R_{ox}$ , i element sa faznim uglom  $CPE_{ox}$  koji se odnosi na ukupnu kapacitivnost oksidnog sloja. Rezultati dobijeni fittingom eksperimentalnih krivih su prikazani u tabeli 1.



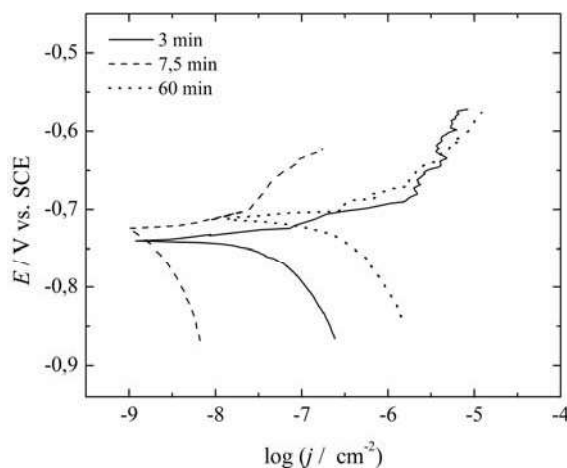
Slika 8 - Ekvivalentna električna kola

Vrednosti impedancije spoljašnjeg, poroznog sloja su znatno manje od impedancije unutrašnjeg, barijernog sloja (tabela 1) i kod nekih uzoraka se one preklapaju, dajući SEI spektre sa jednom vremenskom konstantom,  $R_{ox}CPE_{ox}$  (za 3, 7.5 i 15 minuta PEO procesa). Impedansi dijagrami u kompleksnoj ravni za ove oksidne slojeve su fitovani ekvivalentnim električnim kolom prikazanim na slici 8b.

Na osnovu SEI rezultata primećuje se prvo rast kompaktnog barijernog oksidnog sloja u odnosu na čist Al, (tabela 1) sa dužim PEO procesom, koji se daljim produžavanjem PEO procesa, od 15 min pa na

dalje, ponovo smanjuje. Manje vrednosti  $R_{ox}$  ( $R_b$ ) i veće vrednosti  $CPE_{ox}$  ( $CPE_b^*$ ) za oksidne slojeve dobijene kraćim PEO procesom ukazuju da vreme od 3 min nije dovoljno dugo da bi se formirao unutrašnji, barijerni sloj, dovoljne debljine i kompaktnosti, dok se dužim vremenima PEO procesa (20 i 60 min) dobijaju oksidni slojevi manje korozivne stabilnosti, usled velike poroznosti (slike 2 i 3), kroz koje elektrolit brzo prodire i smanjuje korozivnu stabilnost. Najveće vrednosti otpornosti i najmanje vrednosti kapacitivnosti, ukazujući na najveću korozivnu stabilnost, su pokazali oksidni slojevi dobijeni tokom 7.5 i 15 minuta, pri čemu su oni dobijeni tokom 7.5 PEO procesa imali za red veličine veću vrednost  $R_{ox}$  od onih dobijenih tokom 15 min.

Korozivna stabilnost oksidnih slojeva je ispitivana i polarizacionim merenjima i neke od dobijenih  $E$ - $\log j$  zavisnosti su prikazane na slici 9. Gustine struje korozije,  $j_{kor}$ , su određene iz preseka anodne Tafelove prave sa potencijalom otvorenog kola (POK). Vrednosti gustina struja korozije za ispitivane oksidne slojeve prikazane su u tabeli 1. Podaci u tabeli 1 su srednje vrednosti 3-5 merenja.



Slika 9 - Polarizacione krive u 3% rastvoru NaCl za oksidne slojeve formirane PEO procesom tokom različitog vremena

Bolja korozivna postojanost oksidnih slojeva dobijenih tokom srednjih vremena od 7.5 i 15 min je potvrđena i polarizacionim merenjima, tj. manje vrednosti  $j_{kor}$  su na ovim oksidima u odnosu na one koji su dobijeni ili kratkim ili znatno dužim vremenima. Najmanja struja korozije odgovara PEO procesu od 7.5 min, i ona je za jedan do dva reda veličine manja od  $j_{kor}$  ostalih oksida. Ovi rezultati su u skladu sa SEI merenjima.

Na osnovu svih prikazanih merenja može se zaključiti da su morfologija i poroznost presudne u određivanju korozivne stabilnosti oksidnih prevlaka na aluminijumu.

Tabela 1 - Vrednosti SEI parametara i gustine struje korozije,  $j_{kor}$ , za oksidne slojeve formirane PEO procesom u toku različitog vremena, posle 30 min delovanja 3 % NaCl

PEO vreme/min	$R_p / \Omega \text{ cm}^2$	CPE <sub>p</sub>		$R_{ox} (R_b^*) \cdot 10^{-4} / \Omega \text{ cm}^2$	CPE <sub>ox</sub> (CPE <sub>b</sub> <sup>*</sup> )		$j_{corr} / \mu\text{A cm}^{-2}$
		$Y_o \cdot 10^7 / s^n \Omega^{-1} \text{ cm}^{-2}$	$n$		$Y_o \cdot 10^9 / s^n \Omega^{-1} \text{ cm}^{-2}$	$n$	
Al	4130	4.30	0.72	1.2	12.7	0.76	0.44
3				12.5*	11*	0.95	0.28
7.5				2580	9.51	0.93	0.0020
15				250	5.51	0.82	0.040
20	942	5.76	0.74	29.3*	6.86*	0.80	0.35
60	500	2.60	0.74	5.83*	136*	0.75	0.45

## ZAKLJUČAK

Na osnovu eksperimentalnih rezultata ovog rada, može se zaključiti da morfologija i fazni sastav oksidnih slojeva na aluminijumu dobijenih metodom plazma elektrolitičke oksidacije u natrijum volframatu direktno zavise od vremena trajanja procesa. Oksidni slojevi su delimično kristalizovani i uglavnom se sastoje od  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ,  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  i  $\text{WO}_3$ , dok sadržaj  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  raste sa trajanjem PEO procesa. Mikro tvrdoća oksidnih slojeva dostiže maksimalnu vrednost posle 5 minuta od početka procesa i posle tog vremena opada kao posledica povećanja hrpaivosti slojeva sa trajanjem procesa. Koroziona stabilnost takođe zavisi od vremena trajanja procesa i najbolja je za oksidne slojeve dobijene posle 7.5 minuta. Na osnovu prikazanih rezultata, jasno je da su morfologija i poroznost dobijenih oksidnih slojeva presudne za korozionu stabilnost.

## Zahvalnica

Ova istraživanja su finansirana od strane Ministarstva prosvete, nauke i tehnološkog razvoja Republike Srbije u okviru projekata ON 171035 i III 45019.

## LITERATURA

- [1] U. Mioč, S. Stojadinović, Z. Nedić, Characterization of bronze surface layer formed by microarc oxidation process in 12-tungstophosphoric acid, *Materials* 3 (2010) pp. 110–126.
- [2] M. Petković, S. Stojadinović, R. Vasilić, I. Belča, Z. Nedić, B. Kasalica, U.B. Mioč, Preparation of silicate tungsten bronzes on aluminum by plasma electrolytic oxidation process in 12-tungstosilicic acid, *Applied Surface Science* 257 (2011) pp. 9555–9561.
- [3] M. Petković, S. Stojadinović, R. Vasilić, Lj. Zeković, Characterization of oxide coatings formed on tantalum by plasma electrolytic oxidation in 12-tungstosilicic acid, *Applied Surface Science* 257 (2011) pp. 10590–10594.
- [4] S. Stojadinović, R. Vasilić, M. Petković, Lj. Zeković, Plasma electrolytic oxidation of titanium in heteropolytungstate acids, *Surface and Coatings Technology* 206 (2011) pp. 575–581.
- [5] S. Stojadinović, R. Vasilić, M. Petković, B. Kasalica, I. Belča, A. Žekić, Lj. Zeković, Characterization of the plasma electrolytic oxidation of titanium in sodium metasilicate, *Applied Surface Science* 265 (2013) pp. 226–233.
- [6] A.L. Yerokhin, X. Nie, A. Leyland, A. Matthews, S.J. Dowey, Plasma electrolysis for surface engineering, *Surface and Coating Technology* 122 (1999) pp. 73-93.
- [7] X. Nie, E.I. Meletis, J.C. Jiang, A. Leyland, A.L. Yerokhin, A. Matthews, Abrasive wear/corrosion properties and TEM analysis of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  coatings fabricated using plasma electrolysis, *Surface and Coating Technology* 149 (2002) pp. 245-251.
- [8] F. Monfort, A. Berkani, E. Matykina, P. Skeldon, G.E. Thompson, H. Habazaki, K. Shimizu, Development of anodic coatings on aluminium under sparking conditions in silicate electrolyte, *Corrosion Science* 49 (2007) pp. 672-693.
- [9] K. Shimizu, G.E. Thompson, G.C. Wood, The electrical breakdown during anodizing of high purity aluminium in borate solutions, *Thin Solid Films* 92 (1982) pp. 231-241.
- [10] J. Jovović, S. Stojadinović, N.M. Šišović, N. Konjević, Spectroscopic characterization of plasma during electrolytic oxidation (PEO) of aluminium, *Surface and Coatings Technology* 206 (2011) pp. 24–28.
- [11] S. Stojadinović, M. Perić, M. Petković, R. Vasilić, B. Kasalica, I. Belča, J. Radić-Perić, Luminescence of the  $\text{B}^2\Sigma^+ - \text{X}^2\Sigma^+$  band system of AlO during plasma electrolytic oxidation of aluminum, *Electrochimica Acta* 56 (2011) pp. 10122–10129.
- [12] G. Sundararajan, L. Rama Krishna, Mechanisms underlying the formation of thick alumina coatings through the MAO coating technology, *Surface and Coating Technology* 167 (2003) pp. 269-277.

- [13] S. Stojadinović, N. Radić, R. Vasilić, M. Petković, P. Stefanov, Lj. Zeković, B. Grbić, Photocatalytic properties of TiO<sub>2</sub>/WO<sub>3</sub> coatings formed by plasma electrolytic oxidation of titanium in 12-tungstosilicic acid, *Applied Catalysis B: Environmental* 126 (2012) pp. 334–341.
- [14] I.V. Lukiyanchuk, V.S. Rudnev, N.A. Andenko, T.A. Kaidalova, E.S. Panin, P.S. Gordienko, Anodic-spark oxidation of aluminium alloy in tungstate electrolytes, *Russian Journal of Applied Chemistry* 75 (2002) pp. 573–578.
- [15] R. McPherson, Formation of metastable phases in flame- and plasma-prepared alumina *Journal of Materials Science* 8 (1973) pp. 851–858.
- [16] A. Ghasemi, V.S. Raja, C. Blawert, W. Dietzel, K.U. Kainer, Study of the structure and corrosion behavior of PEO coatings on AM50 magnesium alloy by electrochemical impedance spectroscopy, *Surface and Coating Technology* 202 (2008) pp. 3513–3518.
- [17] E.V. Parfenov, A.L. Yerokhin, A. Matthews, Impedance spectroscopy characterisation of PEO process and coatings on aluminium, *Thin Solid Films* 516 (2007) pp. 428–432.
- [18] R.C. Barik, J.A. Wharton, R.J.K. Wood, K.R. Stokes, R.L. Jones, Corrosion, erosion and erosion–corrosion performance of plasma electrolytic oxidation (PEO) deposited Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> coatings, *Surface and Coating Technology* 199 (2005) pp. 158–167.
- [19] J. Liang, P. Bala Srinivasan, C. Blawert, W. Dietzel, Influence of chloride ion concentration on the electrochemical corrosion behaviour of plasma electrolytic oxidation coated AM50 magnesium alloy, *Electrochimica Acta* 55 (2010) pp. 6802–6811.
- [20] Hyun Sam Ryu, Seong-Jae Mun, Tae Seop Lim, Hong-Chan Kim, Kwang-Seon Shin, Seong-Hyeon Hong, Microstructure Evolution During Plasma Electrolytic Oxidation and Its Effects on the Electrochemical Properties of AZ91D Mg Alloy, *Journal of The Electrochemical Society* 158 (2011) pp. C266–C273.

## ABSTRACT

### CHARACTERIZATION OF OXIDE COATINGS FORMED BY PLASMA ELECTROLYTIC OXIDATION OF ALUMINUM IN SODIUM TUNGSTATE

*This paper presents our recent research on morphology and phase composition of oxide coatings formed by plasma electrolytic oxidation of aluminum in 0.1 M sodium tungstate at constant current density of 15 mA/cm<sup>2</sup> and corrosion stability of such coatings. Roughness of obtained oxide coatings increases with prolonged process time, while their microhardness reaches maximal value after about 5 minutes from the onset of the process and then decreases. Oxide coatings are partly crystallized and mainly consist of  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>,  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> i WO<sub>3</sub>, with  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> content increasing with prolonged PEO time. All obtained oxide coatings have higher impedance than pure aluminum and no relationship between PEO time and impedance is found. The evolution of impedance spectra shows that samples obtained after 7.5 minutes of PEO time have most efficient corrosion protection of aluminum substrate.*

**Key words:** aluminum, plasma electrolytic oxidation, microhardness, SEI, corrosion

Paper received: 18. 03. 2013.

Scientific paper