

## 鋁陽極氧化處理膜對氟離子之耐腐蝕研析

李弘彬<sup>1</sup> 曹竣誠<sup>2</sup> 李春穎<sup>3</sup>

<sup>1</sup>大葉大學材料科學與工程學系

<sup>2</sup>大葉大學電機工程學系

51591 彰化縣大村鄉學府路 168 號

<sup>3</sup>臺北科技大學機械工程系

10608 台北市忠孝東路三段 1 號

### 摘 要

本研究以 6061 鋁合金經陽極氧化表面處理後，採用四氟甲烷(CF<sub>4</sub>)氣體進行耐腐蝕試驗，及其後之處理層介電強度研析。其中鋁合金表面處理包含珠擊後(Ra 3.5μm)陽極氧化表面處理，與表面電解拋光整平後進行 12μm 厚陽極氧化處理及表面整平後進行 55 μm 厚陽極氧化處理三種。實驗以硫酸、草酸及磷酸等溶液進行陽極氧化處理，結果經表面形貌觀察以硫酸浴的孔洞約 37 nm、以草酸浴的孔洞約 70 nm，以磷酸浴的孔洞約 230 nm，因此以硫酸溶液處理之孔洞尺寸最為細小。所以，後段陽極氧化經採用硫酸浴處理後，再進行沸水封孔處理。將電感耦合式電漿(ICP)通入四氟甲烷氣體進行試片之蝕刻，隨時間增加其表面層介電強度值隨之降低。最後，鋁合金試片經退火處理及電感耦合式電漿蝕刻之實驗結果顯示，兩者皆加速表面處理層介電強度值下降。

**關鍵詞：**四氟甲烷，陽極封孔處理，介電強度。

## Study on the Corrosion Resistance of Anodically Oxidized Aluminum Coating to Fluoride Ion

HUNG-BIN LEE<sup>1</sup>, JIUN-CHEN TSAU<sup>2</sup> and CHUN-YING LEE<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Department of Materials Science and Engineering, Da-Yeh University

<sup>2</sup>Department of Electrical Engineering, Da-Yeh University

168, University Rd., Dacun, Changhua 51591, Taiwan, R.O.C.

<sup>3</sup>Department of Mechanical Engineering, National Taipei University of Technology

1, Sec. 3, Zhongxiao E. Rd. Taipei City 10608, Taiwan, R.O.C.

### ABSTRACT

This study investigated the corrosion resistance to CF<sub>4</sub> and the dielectric strength of anodically oxidized aluminum coating. The anodically oxidized aluminum specimens were a shot-peened surface (Ra 3.5 μm) and aluminum coating a 12-μm-thick electrochemically polished aluminum coating, and a 55-μm-thick electrochemically polished aluminum coating. These specimens were anodically

oxidized in three electrolytes sulfuric acid, oxalic acid, and phosphoric acid, and the respective diameters of the cylindrical holes in the resulting porous coating were 37 nm, 70 nm, and 230 nm. Because the pores of the sulfuric-acid-treated specimen were the smallest, the subsequent seal treatment was easiest to conduct. Thus, the specimen oxidized in sulfuric acid was further seal-treated in boiling water. The measurement obtained during induction coupled plasma (ICP) etching with  $CF_4$  showed that the dielectric strength of the coating decreased as the etching duration decreased. Both the annealing treatment and the ICP etching of the specimen caused the dielectric strength of the coating to deteriorate.

**Key Words:**  $CF_4$ , anodic sealing treatment, dielectric strength.

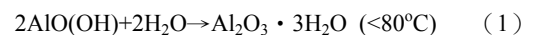
## 一、前言

鋁在金屬元素中質地輕且柔軟，是工程常用金屬中密度較低者，其優點有具光澤性、導電性、導熱性、高延展性及價格低廉。因此，鋁材常應用於航空結構、光學零件、LED 散熱基板及半導體產業輔助製程設備腔體零件等用途。此外，鋁化學活性強，在大氣環境下，表面易形成氧化鋁膜，因此，工業界在純鋁中加入其他合金元素製成鋁合金，或加以表面處理提升其散熱、耐腐蝕與絕緣能力[10]。工業界廣泛採用先以陽極氧化處理[2]再進行封孔處理[6]，利於提升鋁材之電阻值與耐腐蝕能力。

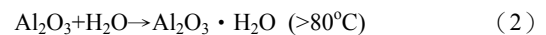
陽極氧化處理係藉由操作條件如電解液溫度、電壓大小及電解質種類之控制，且隨電解時間增加其陽極氧化鋁膜之厚度[4]。由於氧化鋁膜具多孔性，為再提升其耐腐蝕及電阻能力，需利用封孔處理方式將孔洞填滿，其中採用沸水封孔、醋酸鎳封孔及氟化鎳冷封孔皆是常見封孔處理[3,6,8]。陽極氧化處理有採用硫酸電解質浴，操作條件為硫酸濃度 15-20 wt%，操作電壓 14-22 V，溫度 18-25 °C，電解時間 10-60 min，其氧化膜厚度可達 3-35  $\mu\text{m}$ ，且製程中電量損失少，陽極氧化時間短，氧化膜為無色透明，吸附能力強，有利於著色，再經由封孔處理後，更有助於提升抗蝕性[9]。在草酸電解質浴中，操作條件草酸濃度 3-5wt%，操作電壓 40-60 V，溫度 3-5 °C，經長時間處理厚度可達 625  $\mu\text{m}$ [5]。其成本高於硫酸電解質浴，電力消耗大，需有冷卻裝置，且處理時間久才可獲得較厚陽極氧化鋁膜，但孔洞均勻性佳，陽極氧化鋁膜緻密，電阻率高。在磷酸電解質浴中，操作條件磷酸濃度 3-20 wt%，操作電壓 50-200 V，溫度 23-25 °C，電解時間 10-60 min，其陽極氧化鋁膜孔隙大、不緻密，且需在高電壓下進行，製作成本高[7]。

陽極氧化處理是在鋁底材上由溶解與沈積形成蜂巢型六角最密堆積之多孔性結構，其管壁筆直且連續貫通之孔

洞，再經封孔處理，結構由非晶轉變成再結晶，持續一段時間，孔洞被完全填封，成為一層緻密性的鈍化層，提升氧化層耐腐蝕能力與絕緣性。沸水封孔過程為一水合作用（hydration）[1]，有兩種形式的反應式，其一，在 80 °C 以下、 $\text{pH}<4$  的水溶液，與水結合，這種結合僅是物理結合，此過程是可逆的：



其二，在 80 °C 以上中性水溶液，氧化鋁與水化合，這就是通常所指的水合封孔的反應過程：



本研究對象以 LCD(Liquid Crystal Display)製程陣列（array）段及半導體相關產業的蝕刻製程機台，以乾蝕刻設備較普遍採用反應式離子蝕刻機（PE、RIE）及電感耦合式電漿（ICP）機台為標的。陣列製程乾蝕刻分為金屬與非金屬蝕刻，金屬蝕刻以 Al 蝕刻為主，一般採用  $\text{Cl}_2$  為蝕刻氣體；非金屬蝕刻大都以 Si 蝕刻，其蝕刻氣體可選用  $\text{SF}_6$  及  $\text{CF}_x$  系。蝕刻機台大都採用鋁合金材料，由於氟離子（ $\text{F}^-$ ）會對鋁合金腐蝕，所以，本研究針對鋁合金材料，經由陽極氧化處理及沸水封孔處理，探討製程參數對表面處理膜特性之影響，並經電感耦合式電漿（ICP）通入四氟甲烷（ $\text{CF}_4$ ）氣體進行耐腐蝕試驗，透過介電強度分析及掃描式電子顯微鏡觀察，期許降低表面氟離子殘留，藉以提升半導體產業輔助製程設備腔體零件之使用壽命。

## 二、實驗方法

LCD 製程陣列段及半導體相關產業的蝕刻製程機台，

針對腔體不同結構組合與利於生產製作程序，分別製作薄陽極氧化膜（12 $\mu\text{m}$ ）和厚陽極氧化膜（55 $\mu\text{m}$ ）。本研究為了讓鋁陽極氧化膜孔洞有一致性規則排列，除陽極氧化製程控制電壓、電極距離、電解液濃度外，其鋁材料純度也會影響孔洞形成排列，而且鋁材料表面的粗糙程度對陽極氧化膜的成長也是相當重要。所以，材料選用為 6061 鋁合金，在表面處理方面，其一為鋁合金直接電解拋光表面整平處理，使表面粗糙度低於 1.0 $\mu\text{m}$ ，另一表面處理方面則透過珠擊法使表面粗糙度為 Ra 3.5 $\mu\text{m}$ ；在表面處理後又分為製作薄陽極氧化膜（12 $\mu\text{m}$ ）和厚陽極氧化膜（55 $\mu\text{m}$ ）兩種。

首先製備陽極氧化鋁膜，藉以瞭解製程參數對氧化膜之生成影響，並選擇較適當條件進行沸水封口處理，然後材料經退火處理及電漿離子蝕刻進行表面腐蝕量測。最後透過掃描式電子顯微鏡（FESEM）觀察材料微結構組織型態，以及交直流耐壓測試器檢測材料介電強度值。

### （一）鋁陽極氧化及沸水封孔處理

本研究使用鋁合金經表面珠擊處理（Ra 3.5 $\mu\text{m}$ ）後進行鋁陽極處理、表面電解拋光整平後進行 12 $\mu\text{m}$  厚鋁陽極處理及表面整平後進行 55 $\mu\text{m}$  鋁陽極處理三種。首先將長寬各 50mm $\times$ 50mm 之鋁合金試片，置於高溫爐中通以氮氣進行退火熱處理，溫度 400 $^{\circ}\text{C}$  持續三小時。將退火後之試片放入超音波震盪清洗五分鐘，進行電解拋光，電解液成分含硫酸、磷酸與去離子水，其相對之重量百分比為 40 wt% : 40 wt% : 20 wt%，施以電壓 20 V，持續拋光 10 分鐘後取出試片，以去離子水洗淨。

試片經電解拋光後，進行陽極氧化處理，電解液溫度 4 $^{\circ}\text{C}$ 。將陽極連接到鋁合金試片，陰極連接石墨棒，使用三種製程條件為 0.5 M 硫酸浴，操作電壓 25 V、0.5 M 草酸浴，操作電壓 60 V 及 1.13 M 磷酸浴，操作電壓 140 V。陽極處理完成後的鋁材試片浸泡入蒸餾水溶液中，溫度為 80 $^{\circ}\text{C}$ ，pH 6.0，進行沸水封孔 50 分鐘。最後，再將試片進行退火處理，置於高溫爐中通以氮氣進行熱處理，溫度 400 $^{\circ}\text{C}$  持續五小時。

### （二）電感耦合式電漿（ICP）蝕刻

實驗中所使用之高密度電漿機台採用的是感應式耦合電漿源，此系統包含了一個晶片輸送腔（Load-Lock Chamber）及一個主要的八吋基材反應腔（Process Chamber）。電漿源是由一陶瓷反應腔外圍環繞有特殊線圈並連接 13.56 MHz 的 RF 射頻產生器而形成高密度電漿。同

樣的，在下電極亦配置有一台 13.56 MHz 的 RF 射頻產生器以形成自我偏壓（Self DC Bias）。實驗條件為上下電極電源 850 W，反應腔體壓力（Chamber pressure）20 mTorr，四氟甲烷（CF<sub>4</sub>）流量 30 sccm，此參數下相對應於矽基板蝕刻速率（Etching rate）為 40  $\text{\AA}/\text{sec}$ 。蝕刻時間分別為 0、300、600、1500、2000、3000 秒。

### （三）電感耦合式電漿（ICP）蝕刻

本研究在陽極氧化處理後具有奈米孔洞的試片，以場發射電子顯微鏡（FESEM, JEOL 6400）觀察表面型態與厚度、孔洞直徑大小及電感耦合式電漿（ICP）蝕刻後表面形貌，另外，藉由交直流耐壓測試器（GPT-515AD, AC/DC, Goodwill Instrument Co.）採用直流電源（DC）固定電流密度 0.5mA，將試片貼上銅膠帶，開啓電壓直至切斷（cut off），量測氧化膜介電強度值。

## 三、結果與討論

### （一）陽極氧化及沸水封孔之表面形貌

經電解拋光處理後，鋁合金試片分別浸泡於 0.5 M 硫酸浴，操作電壓 25 V、0.5 M 草酸浴，操作電壓 60 V，以及 1.13 M 磷酸浴，操作電壓 140 V，電解液溫度皆為 4 $^{\circ}\text{C}$ 。以 FESEM 觀察孔洞形貌，用圖 1 量測寬度與長度（600 nm $\times$ 1000 nm）其孔洞平均直徑，觀察結果硫酸浴的孔洞平均直徑約 37 nm（圖 1a）、草酸浴的孔洞平均直徑約 70 nm（圖 1b）、磷酸浴的孔洞平均直徑約 230 nm（圖 1c），每一組試片橫截面皆管壁均勻筆直、連續貫通且緊密排列整齊。Li 等人[4]提出電解液使用硫酸比草酸、磷酸所獲得的孔洞直徑還小，且孔洞直徑與外加電壓呈現有線性的關係。Masuda 等人[7]可由特定的實驗參數獲得規則陽極氧化鋁膜尺寸從 60、100、420 和 500nm。由這些實驗結果與文獻有一致性，顯示以硫酸浴處理之孔洞最小，相對實驗過程之沸水封孔處理時間可較短且易於填滿，因此，後續研究採用硫酸浴進行陽極氧化處理。

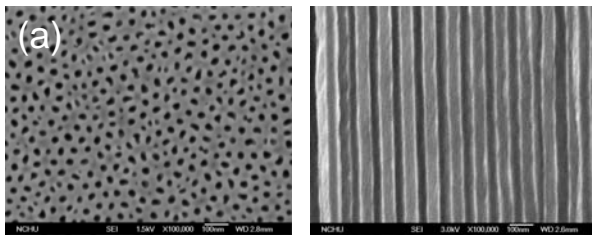
在此控制陽極氧化處理之時間，使鋁合金試片分別產生 12  $\mu\text{m}$  及 55  $\mu\text{m}$  的陽極氧化處理膜，實驗結果顯示電解液溫度在 4 $^{\circ}\text{C}$  時，其鋁膜厚度形成速率約為 4 $\mu\text{m}/\text{hr}$ ，因為電解反應慢相對陽極氧化鋁膜厚度形成速率也慢，但管壁筆直且連續貫通。因此，在低溫環境進行陽極氧化處理比室溫環境更為恰當。然後再進行沸水封孔處理，溫度為 80 $^{\circ}\text{C}$ ，pH 6.0，進行處理時間為 50 分鐘。經 FESEM 觀察圖 2(a) 之 12  $\mu\text{m}$

陽極氧化處理膜其表面形貌較圖 2 (b) 之 55  $\mu\text{m}$  陽極氧化處理膜為粗糙，且兩者表面皆無已明顯孔洞形貌。如圖 2(c) 所示，經陽極氧化處理及沸水封孔處理可獲初步較緻密結構，接著需更進一步檢測以四氟甲烷氣體進行耐腐蝕試驗及介電強度研析。

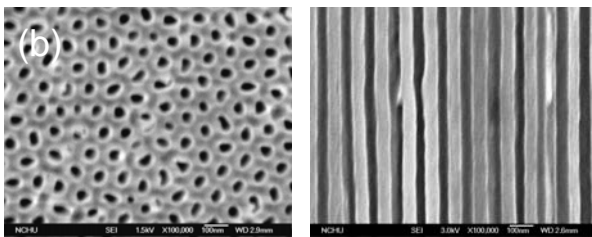
**(二) 四氟甲烷氣體對介電強度之影響**

以鋁合金經表面珠擊處理之試片 (Ra 3.5 $\mu\text{m}$ )，與表面電解拋光及陽極氧化後進行陽極封孔處理分別為膜厚 12 $\mu\text{m}$  及 55 $\mu\text{m}$  三種，分別以其一，無退火處理，其二，退火處理溫度 400  $^{\circ}\text{C}$  持續五小時，進行比較。然後，經電感耦合式電漿 (ICP) 通入四氟甲烷氣體進行蝕刻，蝕刻時間分別為 0、300、600、1500、2000、3000 秒，最後用交直流耐壓測試器量測介電強度值。

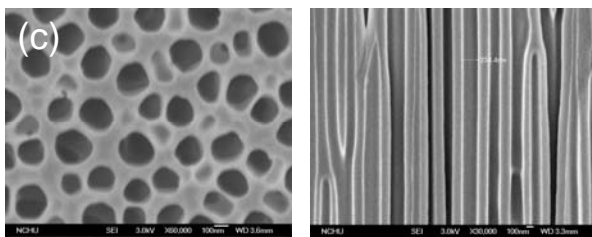
由圖 3 (a) 之無退火處理鋁合金試片觀察陽極處理膜厚 55 $\mu\text{m}$  並經封孔處理，其介電強度為 1.2 kV/mm，經四氟甲烷氣體蝕刻後並無明顯差異，介電強度平均為 0.91 kV/mm。



(a) 硫酸浴



(b) 草酸浴

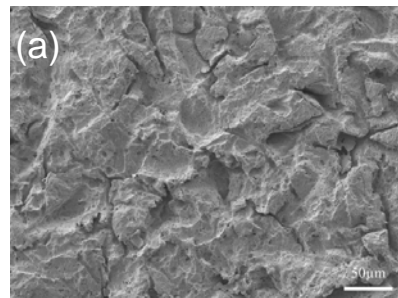


(c) 磷酸浴

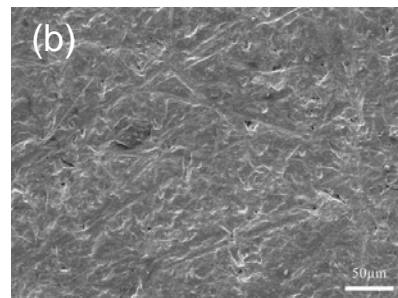
**圖 1. 觀察不同電解液陽極氧化處理方式之氧化膜 FESEM 形貌**

封孔處理後之 12 $\mu\text{m}$  膜厚鋁合金表面珠擊處理試片其介電強度為 0.65 kV/mm；但經四氟甲烷氣體蝕刻，介電強度隨蝕刻時間呈現變化不大之水平線，平均為 0.37 kV/mm。封孔處理後之 12 $\mu\text{m}$  膜厚鋁合金表面電解拋光處理試片，經四氟甲烷氣體蝕刻至 2000 秒，其介電強度平均 0.39 kV/mm；但蝕刻至 2000 秒後，其介電強度劣化至 0 kV/mm。

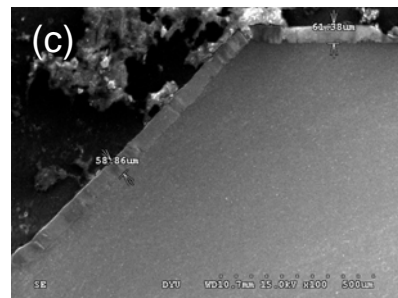
由圖 3 (b) 鋁合金試片經 400  $^{\circ}\text{C}$  退火處理持續五小時之結果，觀察陽極封孔處理之 55 $\mu\text{m}$  氧化膜，其介電強度約為 1.3 kV/mm，經四氟甲烷氣體蝕刻後並無明顯差異，介電強度平均 0.79 kV/mm。陽極封孔處理之珠擊試片 12 $\mu\text{m}$  氧化膜，其介電強度為 0.7 kV/mm；經四氟甲烷氣體蝕刻至 1500 秒內，其介電強度平均降至 0.4kV/mm；蝕刻至 2000 秒後，其介電強度幾乎為 0 kV/mm。陽極封孔處理之電解拋



(a) 12 $\mu\text{m}$  陽極氧化處理之試片表面



(b) 55 $\mu\text{m}$  陽極氧化處理之試片表面



(c) 55 $\mu\text{m}$  陽極氧化處理之試片橫截面

**圖 2. 沸水封孔處理後試片之 FESEM 觀察**

光試片 12 $\mu\text{m}$  氧化膜，則提早至蝕刻 1500 秒後，其介電強度幾乎為 0 kV/mm。

由以上量測結果可觀察鋁合金有無退火處理，其初始介電強度並無顯明差異，當陽極封孔處理厚度增加，相對其介電強度值也呈現倍增效果，亦可提升耐腐蝕性、電阻率及絕緣性。另外，透過四氟甲烷氣體蝕刻，試片有退火處理比未退火處理皆呈現介電強度值下降趨勢。鋁合金表面經電解拋光之平整處理對以四氟甲烷氣體蝕刻，其介電強度值下降幅度更快。

### (三) 四氟甲烷氣體對表面形貌之影響

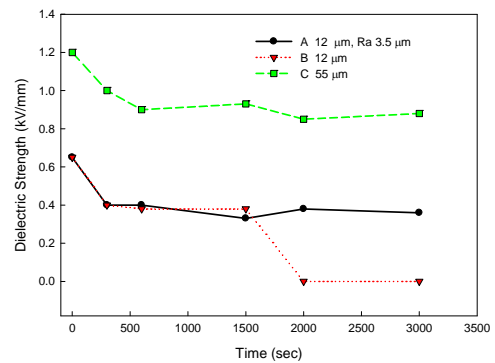
藉由交直流耐壓測試器量測介電強度值可定量瞭解氧化膜之電阻率與絕緣性。因此，接下來透過掃描式電子顯微鏡 (FESEM) 觀察鋁合金試片經退火處理對四氟甲烷氣體蝕刻之影響進行探討。

由圖 4 觀察 55  $\mu\text{m}$  厚氧化膜陽極封孔處理後，試片表面呈現不規則龜裂形貌；經四氟甲烷氣體蝕刻 600 秒後，除不規則龜裂形貌外，表面有不明顯的凹窩孔蝕。經四氟甲烷氣體蝕刻 3000 秒後，表面已明顯有凹凸孔蝕現象，並在裂紋周邊部分形成蝕刻傾斜樣貌。12 $\mu\text{m}$  厚氧化膜之陽極封孔處理試片，可看出表面出現許多細小且大小不一的孔洞，可能是退火處理導致陽極封孔處理時最表層產生脫水現象，形成細小孔洞；經四氟甲烷氣體蝕刻 600 秒，陽極氧化鋁膜受到氟離子轟擊導致膜厚減薄並呈現高低起伏表面，局部有些形成約 10-20  $\mu\text{m}$  的較大孔蝕；經氟離子氣體蝕刻 3000 秒，氟離子持續轟擊使得陽極氧化鋁膜更形減薄並呈現更明顯高低起伏表面，表面局部形成更多、更大、更深、約 10-50 $\mu\text{m}$  的孔蝕，造成底材裸露，喪失介電強度。

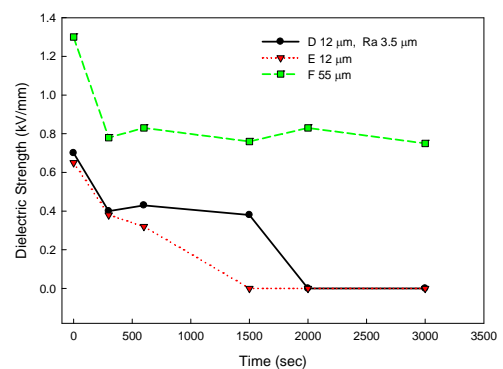
圖 5 為用目視觀察全實驗影像，發現 12 $\mu\text{m}$  之陽極封孔處理試片經四氟甲烷氣體蝕刻 1500 秒後，試片邊界四個角落出現較亮面 (圖 6(a))，蝕刻 3000 秒後，試片邊界 1-2mm 出現較亮面 (圖 6(b))，運用三用電表量測顯示有電流通過，由此判斷進行四氟甲烷氣體蝕刻會容易在邊界周圍產生邊界效應，產生邊界腐蝕加速之現象。

## 四、結論

本研究以硫酸、草酸及磷酸三種電解液，分別於低溫 4  $^{\circ}\text{C}$  進行陽極氧化處理，可獲得具有不同大小且管壁筆直奈米孔洞的表面氧化膜。在進行沸水封孔處理時，孔洞越大確實不易將孔洞填滿且處理時間過久，會導致陽極氧化鋁膜



(a) 未退火處理之鋁合金試片



(b) 經退火處理之鋁合金試片

圖 3. 經四氟甲烷氣體蝕刻後之試片介電強度變化

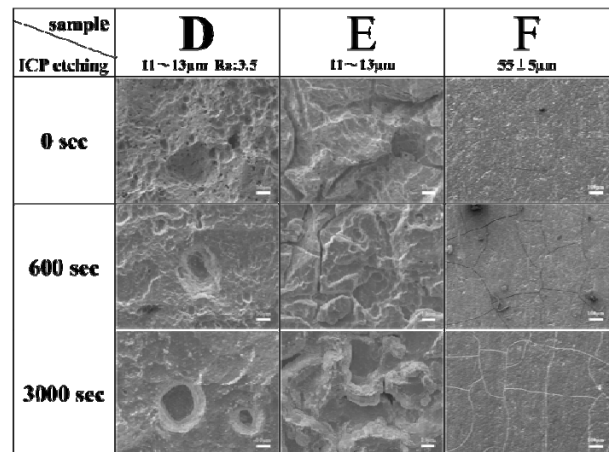


圖 4. 四氟甲烷氣體對退火處理後鋁合金試片之蝕刻 FESEM 形貌

腐蝕，因此，選擇產生孔洞較小之硫酸浴為較合適之陽極氧化處理。

鋁合金試片以經珠擊前處理 (Ra 3.5 $\mu\text{m}$ ) 之氧化膜及電解拋光表面經陽極氧化、封孔處理，膜厚同為 12 $\mu\text{m}$ ，進行退火處理與通入四氟甲烷氣體之電感耦合式電漿 (ICP) 進

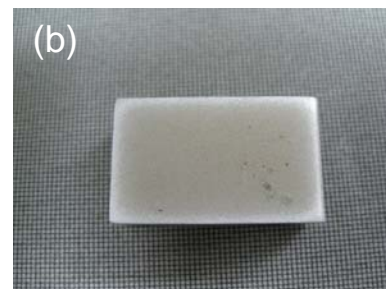
行蝕刻，發現表面珠擊處理 (Ra 3.5 $\mu\text{m}$ ) 比表面電解拋光處理較耐腐蝕及具有較好之介電強度抵抗。經退火處理及四氟甲烷蝕刻雙重影響，鋁合金試片之蝕刻時間越長，蝕孔更擴大及加深，相對之介電強度也快速下降。而經電解拋光處理鋁合金表面經陽極氧化及封孔處理，55 $\mu\text{m}$  厚膜比 12 $\mu\text{m}$  薄膜，其介電强度高出兩倍。進行退火處理與電感耦合式電漿 (ICP) 通入四氟甲烷氣體進行蝕刻之實驗結果，確實也肯定陽極處理及封孔處理，能提高鋁合金之耐腐蝕及絕緣抵抗。實驗結果也發現，在試片邊界 1-2mm 範圍內，其腐蝕速率較快，顯示當受氟離子分子轟擊時，受邊界區域影響使鋁合金易於腐蝕。

### 誌謝

本研究承蒙國科會研究經費補助，計畫編號 NSC 101-2622-E-212-001-CC3，使本研究得以順利進行，特此致上感謝之意。



(a) 1500 秒



(b) 3000 秒

圖 6. 經四氟甲烷氣體蝕刻後之試片表面形貌

### 參考文獻

- Cheng, B. R. and L. Hao (2000) Comparative Study of the Effects of Sealing Processes on the Wear Resistance and the Sealing Quality of Hard Anodic Coatings, *Metal Finishing*, 98, 48-55.
- Keller, F., M. S. Hunter and D. L. Robinson (1953) Structural Features of Oxide Coatings on Aluminum, *Journal of The Electrochemical Society*, 100 (9), 411-419.
- Kim, J. Y., Y. S. Won, C.H. Kim, J. C. Yoo and H. T. Yum (2003) Improvement on the qualities of photosensitive members with cold sealing, *Surface and Coating Technology*, 169-170, 592-594.
- Li, A. P., F. Muller, A. Birner, K. Nielsch, and U. Gosele (1998) Hexagonal pore arrays with a 50-420 nm interpore distance formed by self-organization in anodic alumina, *Journal of Applied Physics*, 84, 6025-6026.
- Liao, C. L., C. W. Chu, K. Z. Fung and I. C. Leu (2007) Fabrication of nanoporous metal electrode by two-step replication technique, *Journal of Alloys and Compounds*, 441, 1-6.
- Lopez, V., E. Otero, E. Escudero and J. A. Gonzalez (2002) Nanostructural changes in porous anodic films on aluminum during aging, *Surface and Coatings Technology*, 154 34-41.
- Masuda, H., K. Yada and A. Osaka (1998) Self-Ordering

sample	A	B	C
ICP etching	11~13 $\mu\text{m}$ Ra:3.5	11~13 $\mu\text{m}$	55 $\pm$ 5 $\mu\text{m}$
0 sec			
300 sec			
600 sec			
1500 sec			
2000 sec			
3000 sec			

sample	D	E	F
ICP etching	11~13 $\mu\text{m}$ Ra:3.5	11~13 $\mu\text{m}$	55 $\pm$ 5 $\mu\text{m}$
0 sec			
300 sec			
600 sec			
1500 sec			
2000 sec			
3000 sec			

圖 5. 全實驗試片影像圖

- 
- of Cell Configuration of Anodic Porous Alumina with Large-Size Pores in Phosphoric Acid Solution, *Japanese Journal of Applied Physics*, 371, 340-1342.
8. Snogan, F., C. Blanc, G. Mankowski and N. Pebere (2002) Characterization of sealed anodic films on 7050 T74 and 2214 T6 aluminum alloys, *Surface and Coatings Technology*, 154, 94-103.
9. Suay, J. J., E. Gimenez, T. Rodriguez, K. Habbib and J. J. Saura (2003) Characterization of anodized and sealed aluminum by EIS, *Corrosion Science*, 45, 611-624.
10. Wernick, S. and R. Pinner (1957) The Surface Treatment and Finishing of Aluminum and its Alloy, *Journal of the Electrochemical Society*, 104 (8), 180C.

收件：102.06.04 修正：102.08.13 接受：102.11.06