

(12) 按照专利合作条约所公布的国际申请

(19) 世界知识产权组织
国际局

(43) 国际公布日
2022 年 12 月 29 日 (29.12.2022)



(10) 国际公布号
WO 2022/267488 A1

- (51) 国际专利分类号:
C22C 23/04 (2006.01) *C25D 11/30* (2006.01)
B21C 23/01 (2006.01)
- (21) 国际申请号: PCT/CN2022/075860
- (22) 国际申请日: 2022 年 2 月 10 日 (10.02.2022)
- (25) 申请语言: 中文
- (26) 公布语言: 中文
- (30) 优先权:
202110709622.1 2021年6月25日 (25.06.2021) CN
- (71) 申请人: 江苏大学 (JIANGSU UNIVERSITY) [CN/CN]; 中国江苏省镇江市京口区学府路 301 号, Jiangsu 212013 (CN)。
- (72) 发明人: 唐玲玲 (TANG, Lingling); 中国江苏省镇江市京口区学府路 301 号, Jiangsu 212013 (CN)。王楠 (WANG, Nan); 中国江苏省镇江市京口区学府路 301 号, Jiangsu 212013 (CN)。郭孟 (GUO, Meng); 中国江苏省镇江市京口区学府路 301 号, Jiangsu 212013 (CN)。傅嘉琳 (FU, Jialin); 中国江苏省镇江市京口区学府路 301 号, Jiangsu 212013 (CN)。韩贞毅 (HAN, Zhenyi); 中国江苏省镇江市京口区学府路 301 号, Jiangsu 212013 (CN)。
- (74) 代理人: 南京智造力知识产权代理有限公司 (NANJING DOYES INTELLECTUAL PROPERTY CO., LTD.); 中国江苏省南京市江宁区芝兰路 18 号 4 幢 1202 室, Jiangsu 211100 (CN)。
- (81) 指定国 (除另有指明, 要求每一种可提供的国家保护): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, IT, JM, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW。
- (84) 指定国 (除另有指明, 要求每一种可提供的地区保护): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 欧亚 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 欧洲 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG)。

(54) Title: PREPARATION METHOD FOR HIGH-TOUGHNESS CORROSION-RESISTANT AZ80 MAGNESIUM ALLOY

(54) 发明名称: 一种强韧耐蚀 AZ80 镁合金的制备方法

(57) Abstract: The present invention relates to the technical field of magnesium alloys, and provides a preparation method for a high-toughness corrosion-resistant AZ80 magnesium alloy, comprising: carrying out jet atomization deposition treatment on an AZ80 magnesium alloy melt, and then sequentially carrying out homogenization treatment, equal channel angular pressing deformation and micro-arc oxidation treatment. According to the present invention, adopting the atomization deposition treatment avoids dendritic segregation and coarse structure of the alloy, and adopting the equal channel angular pressing deformation refines grains, such that the toughness of the material is improved, an ultrafine grain microstructure formed after the equal channel angular pressing deformation can improve the film forming process of micro-arc oxidation treatment, and the compactness of an oxide film on the surface of the alloy is improved. A ceramic layer is formed on the surface of the AZ80 magnesium alloy by using the micro-arc oxidation treatment, such that the corrosion resistance of the alloy is improved. The result of embodiments shows that the tensile strength of the AZ80 magnesium alloy provided by the present invention is 347 MPa, the tensile elongation at break is 12.5%, and the full immersion corrosion rate is $3.5 \times 10^{-4} \text{ mg} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$.

(57) 摘要: 本发明属于镁合金技术领域, 提供了一种强韧耐蚀 AZ80 镁合金的制备方法, 先将 AZ80 镁合金熔体进行喷射雾化沉积处理, 再依次进行均匀化处理、等通道角挤压变形和微弧氧化处理。本发明采用雾化沉积处理避免了合金的枝晶偏析和组织粗大; 采用等通道角挤压变形细化晶粒, 改善材料韧性, 并且等通道角挤压变形后形成的超细晶微结构可以改善微弧氧化处理的成膜过程, 提高合金表面氧化膜的致密性; 采用微弧氧化处理在 AZ80 镁合金表面形成陶瓷层, 提高合金耐蚀性。实施例的结果显示, 本发明提供的 AZ80 镁合金的抗拉强度为 347 MPa, 拉伸断裂伸长率为 12.5%, 全浸泡腐蚀速率为 $3.5 \times 10^{-4} \text{ mg} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$ 。

本国际公布：

- 包括国际检索报告(条约第21条(3))。

一种强韧耐蚀AZ80镁合金的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及镁合金技术领域,尤其涉及一种强韧耐蚀AZ80镁合金的制备方法。

背景技术

[0002] 在现有的工程用金属材料中,镁合金作为最轻的金属结构材料之一,被誉为是“21世纪绿色工程材料”,同时镁合金还具有较高的比强度及比刚度、良好的铸造性和尺寸稳定性、高阻尼、电磁干扰屏蔽性能好和回收利用率高等优点,广泛用于航空航天、电子通讯、车辆制造和国防科技等领域。

[0003] AZ80镁合金作为镁合金中的一种,表现出了优良的力学性能,然而与钢、铝合金等金属相比,由于镁合金特殊的密排六方的晶格结构,在室温成型时可开动的滑移系非常有限,导致其在室温环境下的韧性较差且强度偏低,很难进行变形加工,进而严重制约了AZ80镁合金的发展,因此开发高性能的AZ80镁合金具有重要意义。

[0004] 与此同时,镁的化学性质较为活泼,其标准电极电位为-2.37V,因此即使在自然环境下AZ80镁合金表面生成了氧化膜,也不能够有效的保护金属基体在高温高盐雾等恶劣环境下腐蚀的发生,而这也限制了AZ80镁合金在工业中的应用。

发明内容

[0005] 本发明的目的在于提供一种强韧耐蚀AZ80镁合金的制备方法,本发明提供的制备方法制备的AZ80镁合金具有良好的强度和韧性,同时耐腐蚀性能优异。

[0006] 为了实现上述发明目的,本发明提供了以下技术方案:

[0007] 本发明提供了一种强韧耐蚀AZ80镁合金的制备方法,包括以下步骤:

[0008] (1) 将AZ80镁合金熔体进行喷射雾化沉积处理,得到沉积态AZ80镁合金坯锭;

[0009] (2) 将所述步骤(1)得到的沉积态AZ80镁合金坯锭依次进行均匀化处理、等通道角挤压变形和微弧氧化处理,得到强韧耐蚀AZ80镁合金。

[0010] 优选地,所述步骤(1)中喷射雾化沉积处理的喷射温度为740~760℃,喷射角度为10~30°。

[0011] 优选地,所述步骤(1)中喷射雾化沉积处理的雾化压力为0.5~0.7MPa,气液流速比为1.6~1.8。

[0012] 优选地,所述步骤(1)中喷射雾化沉积处理的接收盘转速为30~60rpm,接收盘下降速度为2~5mm/s。

[0013] 优选地,所述步骤(2)中均匀化处理的温度为360~400℃,均匀化处理的时间为12~16h。

[0014] 优选地,所述步骤(2)中等通道角挤压变形的温度为250~300℃,速度为2~4mm/min,道次为6、10或12次。

[0015] 优选地,所述步骤(2)中等通道角挤压变形的工艺路线为B_c,背压力为160~180MPa。

[0016] 优选地,所述步骤(2)中微弧氧化处理的外加电压为380~420V,占空比为15~30%,频率为400~600Hz,时间为20~25min。

[0017] 优选地,所述步骤(2)中微弧氧化处理的电解液组成包括: Na_2SiO_3 15~20g/L, NaOH 25~30g/L, $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 25~30g/L和磁性镍粉体4g/L。

[0018] 优选地,所述步骤(1)中AZ80镁合金中包括以下质量百分含量的组分:Al 7.89~8.85%, Zn 0.39~0.50%, Mn 0.23~0.50%, Cu 0.05~0.1%, Si 0.02~0.05%, Fe 0.01~0.03%, 余量为Mg。

[0019] 本发明提供了一种强韧耐蚀AZ80镁合金的制备方法,包括以下步骤:将AZ80镁合金熔体进行喷射雾化沉积处理,得到沉积态AZ80镁合金坯锭;将所述沉积态AZ80镁合金坯锭依次进行均匀化处理、等通道角挤压变形和微弧氧化处理,得到强韧耐蚀AZ80镁合金。本发明通过采用雾化沉积处理避免了合金的枝晶偏析和组织粗大,也避免了合金与氧气的接触,减小了合金的氧化程度;通过采用等通道角挤压变形可以细化晶粒,改善材料韧性,并且等通道角挤压变形后形成的超细晶微结构可以改善微弧氧化处理的成膜过程,提高合金表面氧化膜的致密性;通过采用微弧氧化处理在AZ80镁合金表面形成了陶瓷层,且陶瓷层表面呈微米级多孔结构,有利于提高合金的耐蚀性。实施例的结果显示,本发明提供的AZ80镁合金的抗拉强度为347MPa,拉伸断裂伸长率为12.5%,全浸泡腐蚀速率为 $3.5 \times 10^{-4} \text{mg} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$,腐蚀电流密度为 $0.7041 \mu\text{A}/\text{cm}^2$,阻抗值为 $8082000 \text{ohms} \cdot \text{cm}^2$ 。

具体实施方式

[0020] 本发明提供了一种强韧耐蚀AZ80镁合金的制备方法,包括以下步骤:

[0021] (1) 将AZ80镁合金熔体进行喷射雾化沉积处理,得到沉积态AZ80镁合金坯锭;

[0022] (2) 将所述步骤(1)得到的沉积态AZ80镁合金坯锭依次进行均匀化处理、等通道角挤压变形和微弧氧化处理,得到强韧耐蚀AZ80镁合金。

[0023] 本发明将AZ80镁合金熔体进行喷射雾化沉积处理,得到沉积态AZ80镁合金坯锭。本发明通过采用雾化沉积处理避免了合金的枝晶偏析和组织粗大,也避免了合金与氧气的接触,减小了合金的氧化程度,有利于提高合金的强度和耐蚀性,且工序简单,成本低,提高了生产效率。

[0024] 本发明对所述AZ80镁合金的组成及来源没有特殊的限定,本发明提供的强韧耐蚀AZ80镁合金的制备方法适用于本领域技术人员熟知的AZ80镁合金。在本发明中,所述AZ80镁合金优选包括以下质量百分含量的组分:Al 7.89~8.85%, Zn 0.39~0.50%, Mn 0.23~0.50%, Cu 0.05~0.1%, Si 0.02~0.05%, Fe 0.01~0.03%, 余量为Mg,更优选为Al 7.89%, Zn 0.39%, Mn 0.23%, Cu 0.05%, Si 0.02%, Fe 0.01%, 余量为Mg。

[0025] 在本发明中,所述喷射雾化沉积处理的喷射温度优选为740~760℃,更优选为750~760℃;喷射角度优选为10~30°,更优选为20~30°;雾化介质优选为高纯氮气;雾化压力优选为0.5~0.7MPa,更优选为0.6~0.7MPa;气液流速比优选为1.6~1.8,更优选为1.6;接收盘转速优选为30~60rpm,更优选为50~60rpm;接收盘下降速度优选为2~5mm/s,更优选为4~5mm/s。本发明优选将所述喷射雾化沉积处理的工艺参数控制在上述范围,有利于得到组织均匀的致密化AZ80镁合金坯锭。

[0026] 喷射雾化沉积处理完成后,本发明优选去除所述沉积态AZ80镁合金坯锭的表皮和

飞边,并制成尺寸为 $18\text{mm} \times 18\text{mm} \times 60\text{mm}$ 的坯锭。在本发明中,所述坯锭的制备方法优选为电火花线切割法。

[0027] 得到沉积态AZ80镁合金坯锭后,本发明将所述沉积态AZ80镁合金坯锭依次进行均匀化处理、等通道角挤压变形和微弧氧化处理,得到强韧耐蚀AZ80镁合金。

[0028] 在本发明中,所述均匀化处理的温度优选为 $360 \sim 400^\circ\text{C}$,更优选为 $380 \sim 390^\circ\text{C}$;所述均匀化处理的时间优选为 $12 \sim 16\text{h}$,更优选为 $14 \sim 15\text{h}$ 。本发明对所述均匀化处理的具体操作没有特殊的限定,采用本领域技术人员熟知的均匀化处理的技术方案即可。本发明通过均匀化处理使合金铸锭成分均匀化、消除成分偏析和组织不均匀性。

[0029] 本发明优选将所述均匀化处理后的AZ80镁合金置于润滑剂润滑过的等通道角挤压变形模具中进行保温处理,再进行等通道角挤压变形。在本发明中,所述润滑剂优选包括二硫化钼或石墨粉与煤油的混合物,更优选为石墨粉与煤油的混合物;所述保温处理的温度优选为 $150 \sim 300^\circ\text{C}$,更优选为 $230 \sim 280^\circ\text{C}$;保温处理的时间优选为 $10 \sim 20\text{min}$,更优选为 20min 。

[0030] 在本发明中,所述等通道角挤压变形的温度优选为 $250 \sim 300^\circ\text{C}$,更优选为 $250 \sim 280^\circ\text{C}$;所述等通道角挤压变形的速度优选为 $2 \sim 4\text{mm/min}$,更优选为 2mm/min 。在本发明中,所述等通道角挤压变形的速度过快易出现裂纹,速度过慢浪费能源。在本发明中,所述等通道角挤压变形的道次优选为6、10或12次,更优选为10或12次。本发明优选将所述等通道角挤压变形的道次控制在上述范围,有利于提高组织均匀性。本发明采用等通道角挤压变形可以细化晶粒,改善材料韧性,并且等通道角挤压变形后形成的超细晶微结构可以改善微弧氧化处理的成膜过程,提高合金表面氧化膜的致密性,进而提高了AZ80镁合金的耐蚀性能。

[0031] 在本发明中,所述等通道角挤压变形的工艺路线优选为 B_c ;本发明采用 B_c 工艺路线,相邻挤压道次之间样品旋转 90° ,有利于提高组织均匀性。在本发明中,所述等通道角挤压变形的背压力优选为 $160 \sim 180\text{MPa}$,更优选为 $170 \sim 180\text{MPa}$ 。在本发明中,所述等通道角挤压变形的背压力用于调节模具里的压力平衡,将其控制在上述范围,有利于使塑性变形更稳定。

[0032] 本发明优选将所述等通道角挤压变形后的AZ80镁合金依次进行切割、打磨、抛光和清洗,再进行微弧氧化处理。本发明对所述切割、打磨、抛光和清洗的操作没有特殊的限定,采用本领域技术人员熟知的切割、打磨、抛光和清洗的技术方案即可。在本发明中,所述切割的尺寸优选为 $12\text{mm} \times 12\text{mm} \times 12\text{mm}$;所述打磨优选为用砂纸逐级打磨至1600#;所述抛光材料优选为抛光布;所述清洗优选为先用丙酮清洗,再用无水乙醇清洗;所述无水乙醇清洗优选在超声的条件下进行,所述无水乙醇清洗的时间优选为 $15 \sim 20\text{min}$ 。

[0033] 在本发明中,所述微弧氧化处理的外加电压优选为 $380 \sim 420\text{V}$,更优选为 $400 \sim 420\text{V}$;占空比优选为 $15 \sim 30\%$,更优选为 $20 \sim 25\%$;频率优选为 $400 \sim 600\text{Hz}$,更优选为 $550 \sim 600\text{Hz}$;时间优选为 $20 \sim 25\text{min}$,更优选为 25min 。在本发明中,所述微弧氧化处理的电压过高、时间过久,腐蚀越厉害,对合金的强度和耐蚀性能不利。本发明对所述微弧氧化处理的具体操作没有特殊的限定,采用本领域技术人员熟知的微弧氧化处理的技术方案即可。本发明通过采用微弧氧化处理在AZ80镁合金表面形成了陶瓷层,且陶瓷层表面呈微米级多孔结构,有利于提高合金的耐蚀性。

[0034] 在本发明中,所述微弧氧化处理的电解液组成优选包括: Na_2SiO_3 15~20g/L,NaOH 25~30g/L, $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 25~30g/L和磁性镍粉体4g/L,更优选为 Na_2SiO_3 20g/L,NaOH 25g/L, $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 25g/L和磁性镍粉体4g/L。在本发明中,所述NaOH为电解液的主要成分, Na_2SiO_3 、 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 和磁性镍粉体的添加有利于提高微弧氧化陶瓷层的耐蚀性能,进而提高AZ80镁合金的耐蚀性能。本发明优选采用上述电解液用于微弧氧化处理,腐蚀液浓度越大,腐蚀越厉害,容易出现沿晶界断裂。在本发明中,所述AZ80镁合金作为阳极与微弧氧化电源相连,所述阴极优选为不锈钢板。

[0035] 本发明提供的制备方法通过先将AZ80镁合金熔体进行喷射雾化沉积处理,再依次进行均匀化处理、等通道角挤压变形和微弧氧化处理,进而得到了强韧耐蚀AZ80镁合金。本发明通过采用雾化沉积处理避免了合金的枝晶偏析和组织粗大,也避免了合金与氧气的接触,减小了合金的氧化程度;通过采用等通道角挤压变形可以细化晶粒,改善材料韧性,并且等通道角挤压变形后形成的超细晶微结构可以改善微弧氧化处理的成膜过程,提高合金表面氧化膜的致密性;通过采用微弧氧化处理在AZ80镁合金表面形成了陶瓷层,且陶瓷层表面呈微米级多孔结构,有利于提高合金的耐蚀性。

[0036] 下面将结合本发明中的实施例,对本发明中的技术方案进行清楚、完整地描述。显然,所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0037] 实施例1

[0038] (1) 将AZ80镁合金熔体进行喷射雾化沉积处理,得到沉积态AZ80镁合金坯锭;其中,喷射温度为760℃,喷射角度为30°,雾化介质为高纯氮气,雾化压力为0.6MPa,接收盘转速为50rpm,接收盘下降速度为4mm/s,气液流速比为1.6,AZ80镁合金的组分为以下质量百分含量:7.89%Al,0.39%Zn,0.23%Mn,0.05%Cu,0.02%Si,0.01%Fe,余量为Mg。

[0039] (2) 将步骤(1)得到的沉积态AZ80镁合金坯锭去除表皮和飞边,并通过电火花线切割法制成尺寸为18mm×18mm×60mm的坯锭,之后在390℃下均匀化处理14h,打磨光滑后置于经石墨粉与煤油的混合物润滑过的等通道角挤压变形模具中随炉加热至230℃保温20min,再施加180MPa压力进行连续6道次等通道角挤压变形,变形温度为250℃,变形速度为2mm/min;测得室温抗拉强度为321MPa,断裂伸长率为14%,全浸泡腐蚀速率为 $4.1\text{mg} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$,腐蚀电流密度为 $133\mu\text{A}/\text{cm}^2$,阻抗值为 $350\text{ohms} \cdot \text{cm}^2$ 。

[0040] (3) 将步骤(2)经过等通道角挤压变形处理后的AZ80镁合金切割成12mm×12mm×12mm的立方试件,再用砂纸逐级打磨至1600#、抛光布抛光,用丙酮进行表面清洗,并在无水乙醇中超声波清洗15min后放入电解液中,立方试件作为阳极与微弧氧化电源相连,不锈钢板与电源相连作为阴极,外加电压为420V,占空比为25%,频率为600Hz,微弧氧化处理25min后,得到强韧耐蚀AZ80镁合金;其中,电解液组成为: Na_2SiO_3 20g/L,NaOH 25g/L, $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 25g/L,磁性镍粉体4g/L;测得室温抗拉强度为321MPa,断裂伸长率为14%,全浸泡腐蚀速率为 $3.3 \times 10^{-4}\text{mg} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$,腐蚀电流密度为 $0.6894\mu\text{A}/\text{cm}^2$,阻抗值为 $7895000\text{ohms} \cdot \text{cm}^2$ 。

[0041] 实施例2

[0042] (1) 将AZ80镁合金熔体进行喷射雾化沉积处理,得到沉积态AZ80镁合金坯锭;其

中,喷射温度为760℃,喷射角度为30°,雾化介质为高纯氮气,雾化压力为0.6MPa,接收盘转速为50rpm,接收盘下降速度为4mm/s,气液流速比为1.6,AZ80镁合金的组分为以下质量百分含量:7.89%Al,0.39%Zn,0.23%Mn,0.05%Cu,0.02%Si,0.01%Fe,余量为Mg。

[0043] (2) 将步骤(1)得到的沉积态AZ80镁合金坯锭去除表皮和飞边,并通过电火花线切割法制成尺寸为18mm×18mm×60mm的坯锭,之后在390℃下均匀化处理14h,打磨光滑后置于经石墨粉与煤油的混合物润滑过的等通道角挤压变形模具中随炉加热至230℃保温20min,再施加180MPa压力进行连续10道次等通道角挤压变形,变形温度为250℃,变形速度为2mm/min;测得室温抗拉强度为334MPa,拉伸断裂伸长率为13%,全浸泡腐蚀速率为 $4.5\text{mg} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$,腐蚀电流密度为 $137\mu\text{A}/\text{cm}^2$,阻抗值为 $366\text{ohms} \cdot \text{cm}^2$ 。

[0044] (3) 将步骤(2)经过等通道角挤压变形处理后的AZ80镁合金切割成12mm×12mm×12mm的立方试件,再用砂纸逐级打磨至1600#、抛光布抛光,用丙酮进行表面清洗,并在无水乙醇中超声波清洗15min后放入电解液中,立方试件作为阳极与微弧氧化电源相连,不锈钢板与电源相连作为阴极,外加电压为420V,占空比为25%,频率为600Hz,微弧氧化处理25min后,制得强韧耐蚀AZ80镁合金;其中,电解液组成为: Na_2SiO_3 20g/L,NaOH 25g/L, $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 25g/L,磁性镍粉体4g/L;测得室温抗拉强度为334MPa,拉伸断裂伸长率为13%,全浸泡腐蚀速率为 $3.6 \times 10^{-4}\text{mg} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$,腐蚀电流密度为 $0.6984\mu\text{A}/\text{cm}^2$,阻抗值为 $8012000\text{ohms} \cdot \text{cm}^2$ 。

[0045] 实施例3

[0046] (1) 将AZ80镁合金熔体进行喷射雾化沉积处理,得到沉积态AZ80镁合金坯锭;其中,喷射温度为760℃,喷射角度为30°,雾化介质为高纯氮气,雾化压力为0.6MPa,接收盘转速为50rpm,接收盘下降速度为4mm/s,气液流速比为1.6,AZ80镁合金的组分为以下质量百分含量:7.89%Al,0.39%Zn,0.23%Mn,0.05%Cu,0.02%Si,0.01%Fe,余量为Mg。

[0047] (2) 将步骤(1)得到的沉积态AZ80镁合金坯锭去除表皮和飞边,并通过电火花线切割法制成尺寸为18mm×18mm×60mm的坯锭,之后在390℃下均匀化处理14h,打磨光滑后置于经石墨粉与煤油的混合物润滑过的等通道角挤压变形模具中随炉加热至230℃保温20min,再施加180MPa压力进行连续12道次等通道角挤压变形,变形温度为250℃,变形速度为2mm/min;测得室温抗拉强度为347MPa,拉伸断裂伸长率为12.5%,全浸泡腐蚀速率为 $4.4\text{mg} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$,腐蚀电流密度为 $138\mu\text{A}/\text{cm}^2$,阻抗值为 $380\text{ohms} \cdot \text{cm}^2$ 。

[0048] (3) 将步骤(2)经过等通道角挤压变形处理后的AZ80镁合金切割成12mm×12mm×12mm的立方试件,再用砂纸逐级打磨至1600#、抛光布抛光,用丙酮进行表面清洗,并在无水乙醇中超声波清洗15min后放入电解液中,立方试件作为阳极与微弧氧化电源相连,不锈钢板与电源相连作为阴极,外加电压为400V,占空比为20%,频率为550Hz,微弧氧化处理25min后,制得强韧耐蚀AZ80镁合金;其中,电解液组成为: Na_2SiO_3 20g/L,NaOH 25g/L, $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 25g/L,磁性镍粉体4g/L;测得室温抗拉强度为347MPa,拉伸断裂伸长率为12.5%,全浸泡腐蚀速率为 $3.5 \times 10^{-4}\text{mg} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$,腐蚀电流密度为 $0.7041\mu\text{A}/\text{cm}^2$,阻抗值为 $8082000\text{ohms} \cdot \text{cm}^2$ 。

[0049] 由以上实施例可以看出,本发明提供的制备方法制备的强韧耐蚀AZ80镁合金具有良好的强度和韧性,同时耐腐蚀性能优异;合金的室温抗拉强度为347MPa,拉伸断裂伸长率为12.5%,全浸泡腐蚀速率为 $3.5 \times 10^{-4}\text{mg} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$,腐蚀电流密度为 $0.7041\mu\text{A}/\text{cm}^2$,阻抗值

为 $8082000\text{ohms} \cdot \text{cm}^2$ 。

[0050] 以上所述仅是本发明的优选实施方式,应当指出,对于本技术领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明原理的前提下,还可以做出若干改进和润饰,这些改进和润饰也应视为本发明的保护范围。

权 利 要 求 书

1. 一种强韧耐蚀 AZ80 镁合金的制备方法，包括以下步骤：

(1) 将 AZ80 镁合金熔体进行喷射雾化沉积处理，得到沉积态 AZ80 镁合金坯锭；所述喷射雾化沉积处理的喷射温度为 $740\sim 760^{\circ}\text{C}$ ，喷射角度为 $10\sim 30^{\circ}$ ，雾化压力为 $0.5\sim 0.7\text{MPa}$ ，气液流速比为 $1.6\sim 1.8$ ，接收盘转速为 $30\sim 60\text{rpm}$ ，接收盘下降速度为 $2\sim 5\text{mm/s}$ ；

所述 AZ80 镁合金由以下质量百分含量的组分组成：Al $7.89\sim 8.85\%$ ，Zn $0.39\sim 0.50\%$ ，Mn $0.23\sim 0.50\%$ ，Cu $0.05\sim 0.1\%$ ，Si $0.02\sim 0.05\%$ ，Fe $0.01\sim 0.03\%$ ，余量为 Mg；

(2) 将所述步骤(1)得到的沉积态 AZ80 镁合金坯锭依次进行均匀化处理、等通道角挤压变形和微弧氧化处理，得到强韧耐蚀 AZ80 镁合金；所述均匀化处理的温度为 $360\sim 400^{\circ}\text{C}$ ，均匀化处理的时间为 $12\sim 16\text{h}$ ；所述等通道角挤压变形的温度为 $250\sim 300^{\circ}\text{C}$ ，速度为 $2\sim 4\text{mm/min}$ ，道次为 6、10 或 12 次。

2. 根据权利要求 1 所述的制备方法，其特征在于，所述步骤(2)中等通道角挤压变形的工艺路线为 B_c ，背压力为 $160\sim 180\text{MPa}$ 。

3. 根据权利要求 1 所述的制备方法，其特征在于，所述步骤(2)中微弧氧化处理的外加电压为 $380\sim 420\text{V}$ ，占空比为 $15\sim 30\%$ ，频率为 $400\sim 600\text{Hz}$ ，时间为 $20\sim 25\text{min}$ 。

4. 根据权利要求 1 或 3 所述的制备方法，其特征在于，所述步骤(2)中微弧氧化处理的电解液组成包括： Na_2SiO_3 $15\sim 20\text{g/L}$ ，NaOH $25\sim 30\text{g/L}$ ， $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ $25\sim 30\text{g/L}$ 和磁性镍粉体 4g/L 。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/CN2022/075860

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C22C 23/04(2006.01)i; B21C 23/01(2006.01)i; C25D 11/30(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C22C 23, B21C 23, C25D 11

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

DWPI, JPABS, CNABS, CNKI: 镁合金, 雾化, 沉积, 角挤压, 微弧氧化, Mg, pulverizat+, deposit+, extrud+, extrusion, micro arc oxidation, oxidat+

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
PX	CN 113462911 A (JIANGSU UNIVERSITY) 01 October 2021 (2021-10-01) claims 1-10	1-4
Y	CN 101406906 A (CHONGQING UNIVERSITY) 15 April 2009 (2009-04-15) claims 1-2, and description, p. 2, paragraph 2	1-4
Y	CN 102560302 A (HOHAI UNIVERSITY et al.) 11 July 2012 (2012-07-11) claim 1	1-4
Y	CN 111593244 A (HARBIN UNIVERSITY OF SCIENCE AND TECHNOLOGY) 28 August 2020 (2020-08-28) claim 1, and description, paragraph 0004	1-4
A	CN 106544609 A (WUXI FUMEI LIGHT ALLOY TECHNOLOGY CO., LTD.) 29 March 2017 (2017-03-29) entire document	1-4
A	JP 2020050948 A (FUJI LIGHT METAL CO., LTD. et al.) 02 April 2020 (2020-04-02) entire document	1-4



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date

“L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

“X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

“Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

“&” document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

25 April 2022

Date of mailing of the international search report

05 May 2022

Name and mailing address of the ISA/CN

China National Intellectual Property Administration (ISA/
CN)
No. 6, Xitucheng Road, Jimenqiao, Haidian District, Beijing
100088, China

Facsimile No. (86-10)62019451

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/CN2022/075860

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)	Publication date (day/month/year)
CN	113462911	A	01 October 2021	None	
CN	101406906	A	15 April 2009	None	
CN	102560302	A	11 July 2012	None	
CN	111593244	A	28 August 2020	None	
CN	106544609	A	29 March 2017	None	
JP	2020050948	A	02 April 2020	None	

国际检索报告

国际申请号

PCT/CN2022/075860

A. 主题的分类

C22C 23/04(2006.01)i; B21C 23/01(2006.01)i; C25D 11/30(2006.01)i

按照国际专利分类(IPC)或者同时按照国家分类和IPC两种分类

B. 检索领域

检索的最低限度文献(标明分类系统和分类号)

C22C 23, B21C 23, C25D 11

包含在检索领域中的除最低限度文献以外的检索文献

在国际检索时查阅的电子数据库(数据库的名称, 和使用的检索词(如使用))

DWPI, JPABS, CNABS, CNKI: 镁合金, 雾化, 沉积, 角挤压, 微弧氧化, Mg, pulverizat+, deposit+, extrud+, extrusion, micro arc oxidation, oxidat+

C. 相关文件

类 型*	引用文件, 必要时, 指明相关段落	相关的权利要求
PX	CN 113462911 A (江苏大学) 2021年10月1日 (2021 - 10 - 01) 权利要求1-10	1-4
Y	CN 101406906 A (重庆大学) 2009年4月15日 (2009 - 04 - 15) 权利要求1-2, 说明书第2页第2段	1-4
Y	CN 102560302 A (河海大学 等) 2012年7月11日 (2012 - 07 - 11) 权利要求1	1-4
Y	CN 111593244 A (哈尔滨理工大学) 2020年8月28日 (2020 - 08 - 28) 权利要求1和说明书第0004段	1-4
A	CN 106544609 A (无锡福镁轻合金科技有限公司) 2017年3月29日 (2017 - 03 - 29) 全文	1-4
A	JP 2020050948 A (FUJI LIGHT METAL CO LTD 等) 2020年4月2日 (2020 - 04 - 02) 全文	1-4

☐ 其余文件在C栏的续页中列出。☒ 见同族专利附件。

* 引用文件的具体类型:

“A” 认为不特别相关的表示了现有技术一般状态的文件

“E” 在国际申请日的当天或之后公布的在先申请或专利

“L” 可能对优先权要求构成怀疑的文件, 或为确定另一篇引用文件的公布日而引用的或者因其他特殊理由而引用的文件(如具体说明的)

“O” 涉及口头公开、使用、展览或其他方式公开的文件

“P” 公布日先于国际申请日但迟于所要求的优先权日的文件

“T” 在申请日或优先权日之后公布, 与申请不相抵触, 但为了理解发明之理论或原理的在后文件

“X” 特别相关的文件, 单独考虑该文件, 认定要求保护的发明不是新颖的或不具有创造性

“Y” 特别相关的文件, 当该文件与另一篇或者多篇该类文件结合并且这种结合对于本领域技术人员为显而易见时, 要求保护的发明不具有创造性

“&” 同族专利的文件

国际检索实际完成的日期

2022年4月25日

国际检索报告邮寄日期

2022年5月5日

ISA/CN的名称和邮寄地址

中国国家知识产权局(ISA/CN)

中国北京市海淀区蓟门桥西土城路6号 100088

传真号 (86-10)62019451

受权官员

彭敏

电话号码 86-010-62084744

国际检索报告
关于同族专利的信息

国际申请号

PCT/CN2022/075860

检索报告引用的专利文件			公布日 (年/月/日)	同族专利	公布日 (年/月/日)
CN	113462911	A	2021年10月1日	无	
CN	101406906	A	2009年4月15日	无	
CN	102560302	A	2012年7月11日	无	
CN	111593244	A	2020年8月28日	无	
CN	106544609	A	2017年3月29日	无	
JP	2020050948	A	2020年4月2日	无	