

MB8 镁合金的交流微弧氧化处理

杜云慧 张 鹏* 王玉洁 郝志强

(北京交通大学机电学院, 北京 100044)

摘要: 在由氟化钾和氢氧化钾构成的碱性处理液中, 采用交流微弧氧化处理技术对 MB8 镁合金进行了电化学表面处理研究, 建立了膜层厚度与处理参数之间的关系模型, 确定了膜层的组织构成, 讨论了膜层生长机理, 优化了 MB8 镁合金交流微弧氧化快速形成致密膜层技术参数。结果表明: 人工神经网络技术可很好地建立膜层厚度与处理参数之间的关系模型; 膜层主要由氟化镁和氧化镁构成, 致密膜层的最大平均厚度范围为 35~36 μm , 采用遗传算法优化并得到实验验证的可形成 35 μm 厚致密膜层的交流微弧氧化快速成膜技术参数为: 氟化钾浓度为 1 182 $\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 、氢氧化钾浓度为 393 $\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 、调压器输出电压为 61 V、处理液温度为 34 $^{\circ}\text{C}$ 、处理时间为 116 s, 该快速成膜速度较其它处理技术的成膜速度至少提高了 7 倍。

关键词: MB8 镁合金; 交流微弧氧化; 快速成膜; 生长机理

中图分类号: TQ153.6; TG146.2

文献标识码: A

文章编号: 1001-4861(2012)10-2114-07

AC Micro-Arc Oxidation Treatment of MB8 Magnesium Alloy

DU Yun-Hui ZHANG Peng* WANG Yu-Jie HAO Zhi-Qiang

(Beijing Jiaotong University, Beijing 100044, China)

Abstract: In KF+KOH alkaline treatment solution, the electrochemical surface treatment of MB8 magnesium alloy was carried out utilizing AC micro-arc oxidation treatment technology. The relationship between coating thickness and treatment parameters was established, the structure of coating was determined, the growth mechanism of coating was discussed and the treatment parameters for quick forming of compact coating was optimized. The results show that: the artificial neural networks technique can establish the relationship model between coating thickness and treatment parameters perfectly. The coating is made up of MgF_2 and MgO mainly and the maximum average thickness of compact coating is 35~36 μm . The treatment conditions for 35 μm -thick compact coating, optimized by a genetic algorithm and validated by further experiments, are 1 182 $\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ for concentration of KF, 393 $\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ for concentration of KOH, 61 V for voltage, 34 $^{\circ}\text{C}$ for temperature of treatment solution and 116 s for treatment time. This quick forming speed of coating is 7 times quicker than that of other treatment technology at least.

Key words: MB8 magnesium alloy; AC micro-arc oxidation; quick forming of coating; growth mechanism of coating

0 引言

镁合金是最轻的金属结构材料^[1-4], MB8 镁合金是含有锰、铈等合金元素的镁合金, 其中的锰元素可在提高镁合金抗拉强度的同时, 改善镁合金的抗

应力腐蚀倾向, 从而提高了合金的力学性能、耐腐蚀性能、耐热性能和焊接性能; 铈元素能够细化晶粒, 减少显微组织的疏松和热裂倾向, 可显著提高镁合金的高温强度、耐蠕变能力和耐热性, 同时还可改善合金的铸造与焊接性能, 对抗氧化性也有一

收稿日期: 2012-05-10。收修改稿日期: 2012-06-27。

国家自然科学基金(No.50974010)和北京自然科学基金(No.2102039)资助项目。

*通讯联系人。E-mail: pzhang1@bjtu.edu.cn, Tel: 010-51682226

定的改善作用^[5]。因此,MB8 镁合金尤其是经过挤压、轧制和锻造等加工后,比其它铸造镁合金具有更高的、多样化的力学性能,尤其是强度和延展性尤为突出^[6]。

在常规使用条件下,MB8 镁合金替代铝合金和钢制件的效果非常好,目前,MB8 镁合金已广泛应用于航空结构材料^[7],是向“轻量化”挺进的主力军。但是,由于镁的负电性很强(-2.36 V vs SCE)^[8],在大气中的耐蚀性较差,所以 MB8 镁合金制件在使用前必须进行表面处理以形成表面保护膜层。典型的表面处理技术主要包括铬化、磷化、锌置换等化学成膜技术和常规阳极氧化、微弧氧化等电化学成膜技术^[9-13],其中,微弧氧化表面处理技术具有成膜快、膜层质量高等优点,具有广阔的应用前景。

本文在由 $\text{KF}+\text{KOH}$ 构成的碱性处理液中开展了 MB8 镁合金交流微弧氧化表面处理研究,建立了膜层厚度与处理参数之间的关系模型,确定了膜层的组织构成,优化了 MB8 镁合金交流微弧氧化快速成膜技术,为进一步扩大镁合金的应用奠定了基础。

1 实验部分

1.1 实验材料

实验材料为 MB8 镁合金(化学成分见表 1)、化学纯氟化钾、氢氧化钾和纯净水。

1.2 实验装置

实验装置如图 1 所示,调压器的 2 个输入端通过导线与工频交流电源相连,调压器的 2 个输出端通过导线分别与 MB8 镁合金工件和不锈钢处理槽相连。不锈钢处理槽带有循环水冷系统用以保持处理液温度。搅拌桨用于搅拌处理液以保持处理液成分均匀。

1.3 实验步骤

实验步骤如下:

(1) 将经过除油、打磨和清洗预处理的 $5 \times 10 \times 30 \text{ mm}$ 的 MB8 镁合金工件连接到调压器的输出端;

(2) 将氟化钾、氢氧化钾与纯净水,在一定温度下,按照所需配比,制成碱性表面处理液,倒入处理

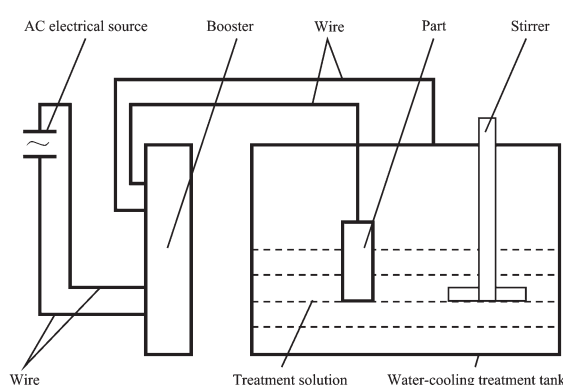


图 1 交流微弧氧化表面处理装置

Fig.1 Apparatus of AC micro-arc oxidation surface treatment

槽内;接通搅拌桨搅拌处理液;

(3) 将调压器输出电压调至所需数值,将 MB8 镁合金工件浸入处理槽内的处理液中,进行交流微弧氧化表面处理,利用循环水冷系统保持处理液温度;

(4) 处理一定时间后,将 MB8 镁合金工件提离处理槽,断电后,卸下工件,进行清洗、干燥后处理;

(5) 利用线切割技术将表面处理后的 MB8 镁合金工件切制成 $5 \times 10 \times 10 \text{ mm}$ 的组织构成分析试样,进行常规处理后,开展 SEM、XRD 等测试研究。

1.4 实验仪器和表征方法

利用日本尼康公司生产的 JCM-5000 NeoScope Benchtop SEM 扫描电子显微镜进行 MB8 镁合金交流微弧氧化表面处理试样的微观组织测试,加速电压为 15 kV 。利用德国布鲁克公司生产的 D8ADVANCE 型转靶 X 射线衍射仪进行 MB8 镁合金交流微弧氧化表面处理膜层的 XRD 测试,衍射源为 $\text{Cu K}\alpha$, $\lambda=0.15418 \text{ nm}$,电流为 60 mA ,电压为 40 kV ,扫描角度范围为 $2\theta=0^\circ \sim 105^\circ$,扫描速度为 $10^\circ \cdot \text{min}^{-1}$,计数器为闪烁晶体计数器,探测器为锂漂移硅能量色散型固体探测器。

2 结果与讨论

2.1 膜层厚度与处理参数之间的关系建模

在 MB8 镁合金交流微弧氧化表面处理中,处

表 1 MB8 镁合金的化学成分

Table 1 Chemical composition of MB8 magnesium alloy (wt%)

Mn	Ce	Al	Zn	Ni	Cu	Si	Fe	Be	Mg
1.5~2.5	0.15~0.35	≤ 0.3	≤ 0.3	≤ 0.01	≤ 0.05	≤ 0.15	≤ 0.05	≤ 0.02	Balance

表 2 人工神经网络训练与预测点
Table 2 ANN training and predication points

Sample	Concentration of KF / (g·L ⁻¹)	Concentration of KOH / (g·L ⁻¹)	Voltage / V	Temperature of treatment solution / °C	Treatment time / s	Coating thickness / μm		Relative error / %
						Desired	Output	
1	300	380	50	40	90	5.8	5.9	1.72
2	500	380	50	40	90	7.3	7.2	1.37
3	700	380	50	40	90	11.2	11.4	1.79
4	1 100	380	50	40	90	15.2	15.1	0.66
5	1 300	380	50	40	90	16.4	16.2	1.22
6	1 500	380	50	40	90	17.1	17.3	1.17
7	1 100	320	50	40	90	13.8	13.8	0
8	1 100	360	50	40	90	14.9	14.7	1.34
9	1 100	400	50	40	90	16.2	16.2	0
10	1 100	420	50	40	90	16.7	16.8	0.6
11	1 100	440	50	40	90	16.8	16.9	0.6
12	1 100	380	52	40	90	17.8	17.8	0
13	1 100	380	55	40	90	21.1	21.2	0.47
14	1 100	380	57	40	90	23.3	23.3	0
15	1 100	380	60	40	90	24.8	25.1	1.21
16	1 100	380	62	40	90	26.1	26.5	1.53
17	1 100	380	65	40	100	29.3	28.9	1.37
18	1 100	380	65	40	110	31.2	31.5	0.96
19	1 100	380	65	40	120	35.4	35.4	0
20	1 100	380	65	40	130	36.7	37.2	1.36
21	1 100	380	65	40	140	38.2	37.7	1.31
22	1 100	380	65	40	150	38.9	38.6	0.77
23	1 100	380	50	20	90	11.8	12.2	3.39
24	1 100	380	50	30	90	13.6	13.6	0
25	1 100	380	50	50	90	15.7	15.9	1.27
26	1 100	380	50	60	90	16.5	16.4	0.61
27*	1 100	380	50	70	90	16.7	16.7	0
28*	900	380	50	40	90	12.5	12.2	2.4
29*	1 100	340	50	40	90	14.3	14.4	0.7
30*	1 100	380	65	40	90	26	25.8	0.77
31*	1 100	380	50	80	90	16.7	16.7	0

* Testing sample.

理参数如氟化钾浓度、氢氧化钾浓度、调压器输出电压、处理液温度和处理时间等对处理膜层厚度都有影响,实验数据如表 2 所示(膜层厚度值为 5 个视域的平均值),处理参数与膜层厚度之间存在着非常复杂的非线性关系,建立其关系模型是一个多变量复杂过程的建模问题,采用传统的回归方法根本无法准确建立膜层厚度与氟化钾浓度、氢氧化钾浓度、调压器输出电压、处理液温度和处理时间等处理参数之间的关系模型。

人工神经网络技术(ANN)目前已广泛应用于复

杂非线性系统的建模、估计、预测、诊断和自适应控制等领域^[14-16]。BP 网络是一种前馈式全连接多层神经网络,具有较强的联想记忆和推广能力,可以任意精度逼近任何非线性连续函数。因此,可利用人工神经网络技术建立 MB8 镁合金交流微弧氧化表面处理中膜层厚度与处理参数之间的关系模型。

本文采用一个 5×2×1 的三层 BP 网络系统(如图 2 所示),其中: I 层为输入层,采用线性单元,其 5 个输入亦即其输出分别为氟化钾浓度(Z_1)、氢氧化钾浓度(Z_2)、调压器输出电压(Z_3)、处理液温度(Z_4)和

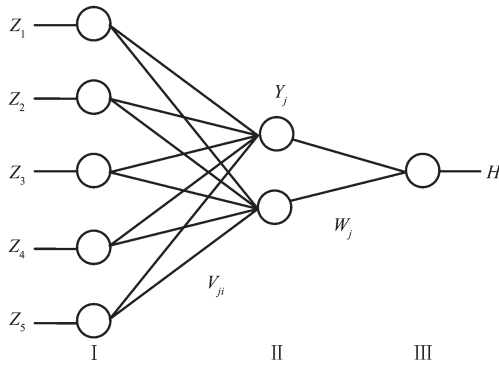


图 2 BP 网络

Fig.2 Back-propagation structure of ANN

处理时间(Z_5)。Ⅱ层为中间隐层,采用非线性单元,其第 j 个单元的输入 N_j 是通过Ⅰ层各单元的输出加权求和而得,其输出 Y_j 是由其输入 N_j 经过一个非线性函数 $f(x)$ 求得。Ⅲ层为输出层,只有一个非线性单元,其输入 N 是由Ⅱ层各单元的输出 Y_j 加权求和而得,其输出(即 ANN 输出)膜层厚度(H)亦由其输入 N 经过非线性函数 $f(x)$ 求得。输入层和中间隐层以及中间隐层和输出层之间的权值分别为 V_{ji} 和 W_j 。

人工神经网络的学习算法如下:

- (1) 选取学习率 $\eta=0.1$, 动量系数 $\alpha=0.1$, $Z_6=Y_3=-1$;
- (2) 置 V_{ji} 和 W_j 为 $-0.5 \sim 0.5$ 之间的随机数;
- (3) 从输入层到输出层逐层计算每个单元输出:

$$\text{net}_j = \sum_{i=1}^6 V_{ji} Z_i \quad j=1, 2 \quad (1)$$

$$Y_j = f(\text{net}_j) \quad (2)$$

$$\text{net} = \sum_{j=1}^3 W_j Y_j \quad (3)$$

$$H = f(\text{net}) \quad (4)$$

$$f(x) = (1 - e^{-x}) / (1 + e^x) \quad (5)$$

以上各式将阈值归入 V_{j6} 和 W_3 中, 它们与固定为 -1 的输入相连接;

- (4) 计算系统误差:

$$E = \frac{1}{2P} \sum_{n=1}^P (D_n - H_n)^2 \quad (6)$$

式中, P 为总层数, H 为网络输出值, D 为学习样本;

- (5) 若 E 满足要求或达到指定学习次数, 则结束学习;

- (6) 逐层计算各单元的学习信号:

$$\delta_H = (D - H) f'(\text{net}) \quad (7)$$

$$\delta_j = W_j \delta_H f'(\text{net}_j) \quad j=1, 2 \quad (8)$$

- (7) 按 E 梯度下降方向自修正权值。

$$W_j(t+1) = W_j(t) + \eta \delta_H Y_j + \alpha [W_j(t) - W_j(t-1)] \quad (9)$$

$$V_{ji}(t+1) = V_{ji}(t) + \eta \delta_j Z_i + \alpha [V_{ji}(t) - V_{ji}(t-1)] \quad (10)$$

- (8) 转(3)。

随机选用 26 个样本训练网络, 5 个样本检验网络的推广能力。训练 100 000 次后, 网络的训练样本和检验样本的输出值 H 与期望实测值 D 已经非常接近, 结果如表 2 所示, 其相对误差最大值稳定在 3.39%, 可见人工神经网络建立的模型非常理想。

2.2 膜层的组织构成

图 3 为膜层平均厚度为 $35 \mu\text{m}$ 的 MB8 镁合金交流微弧氧化表面处理试样的截面组织, 图中右侧浅色部分为表面处理膜层, 左侧深色部分为 MB8 镁合金基体。图 4 为该试样的膜层表面组织。由图 3 和图 4 可以看出, MB8 镁合金表面形成了均匀而完整的处理膜层, 不存在直流微弧氧化表面处理膜层存在的“火山锥”状孔洞, 如图 5 所示。图 6 为 MB8 镁合金交流微弧氧化表面处理试样的膜层衍射图, 由图 6 可见, 膜层主要由氟化镁和氧化镁构成。

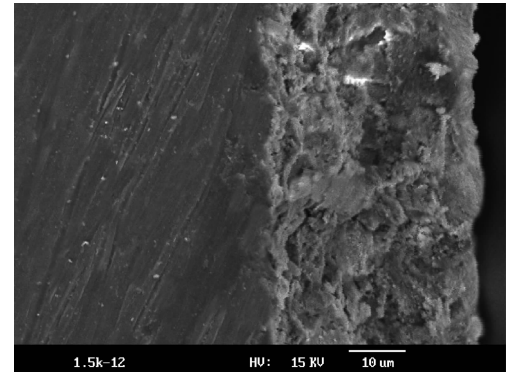
Thickness of coating is $35 \mu\text{m}$

图 3 截面组织

Fig.3 Cross structure

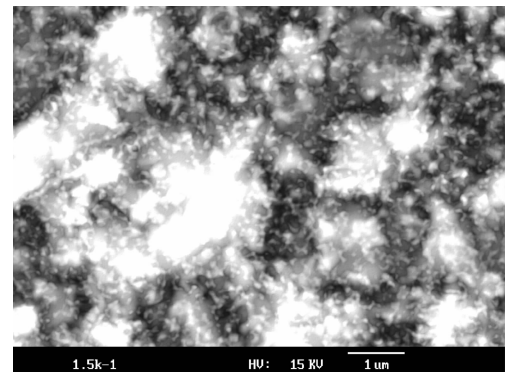
Thickness of coating is $35 \mu\text{m}$

图 4 表面组织

Fig.4 Surface structure

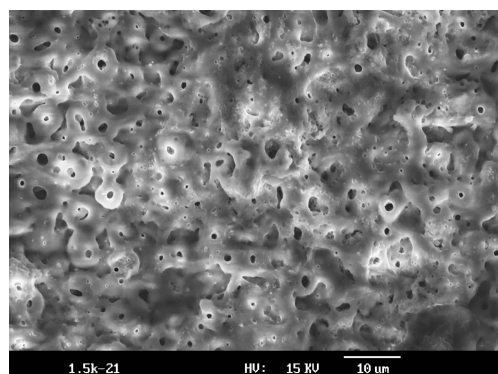


图 5 直流微弧氧化表面组织

Fig.5 Surface structure of DC Micro-Arc Oxidation

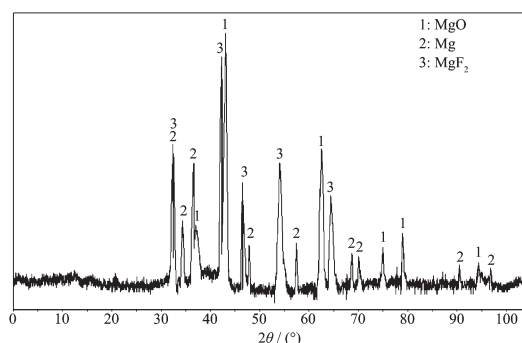


图 6 膜层衍射图

Fig.6 XRD pattern of coating

2.3 膜层生长机理

在镁合金表面电化学处理过程中,当镁合金表面沉积薄膜后,便会进入微弧氧化生长阶段^[17]。在镁合金微弧氧化膜层的生长过程中,总结起来,3个基本过程必不可少:第一,膜层生长元素(如氧、氟等)的产生;第二,膜层生长元素(如氧、氟、镁等)的输送;第三,膜层的烧结。这3个基本过程由处理参数控制,并决定着表面膜层的致密度和成膜速度。

在交流微弧氧化过程中,MB8 镁合金工件表面将发生如下反应:

(1) 当工件处于高电位时



上述反应直接产生了膜层生长所需的氧、氟等元素。

(2) 当工件处于低电位时



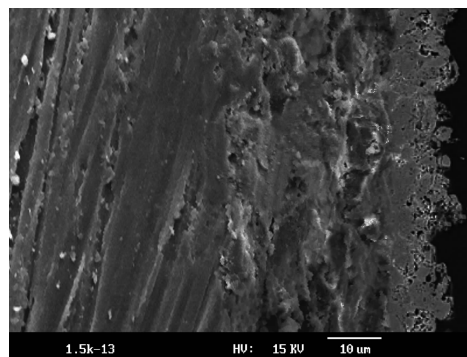
无论工件处于高电位还是低电位,其表面电化学反应都将造成微弧放电现象,微弧放电形成的高温微区使得产生的氧、氟等气体迅速呈现等离子体状态,并沿着膨胀的电子雪崩放电通道向膜层内扩

散,同时,在微弧放电的热作用下,在工件与膜层界面处的镁原子也会向膜层内进行热扩散,这样就顺利地完成了氧、氟、镁等膜层生长元素的输送,当氧、氟与镁元素相遇后,在热力学激励下,将发生如下反应:



使得主要由氟化镁和氧化镁构成的膜层不断生长并在微弧放电的热作用下得到烧结。由于工频交流电的电压值呈正弦分布,不像直流电那样呈直线分布,所以交流微弧放电的热冲击强度远小于直流微弧放电的热冲击强度,因此,在交流微弧氧化过程中不会产生象直流微弧氧化过程中出现的“火山锥”状孔洞;另外,在交流微弧氧化过程中,无论工件处于高电位还是低电位,工件表面都会产生微弧放电热作用,氧、氟、镁等膜层生长元素的输送以及膜层的烧结一直都在进行,所以,从理论上讲,交流微弧氧化膜层的组织致密且生长速度快。

在交流微弧氧化处理中,只要处理参数能够保证上述膜层生长的3个基本过程的顺利进行,镁合金表面就会形成致密的膜层。然而,随着膜层的不断增厚,膜层生长的3个基本过程的顺利进行越来越难保证,尤其是不能保证“膜层的烧结”这一环节的顺利进行,因此,当膜层厚度达到一定值后,尽管膜层厚度还在不断增大,但膜层表面会由于不能得到充分的烧结而出现“沙化”现象,如图7、图8所示。



Thickness of coating is 40 μm

图 7 截面组织

Fig.7 Cross structure

2.4 致密膜层的最大平均厚度

在本研究中,当膜层厚度在 35~36 μm 以内时,交流微弧氧化处理都在工件表面形成了致密膜层。当膜层厚度超过 35~36 μm 以后,交流微弧氧化处

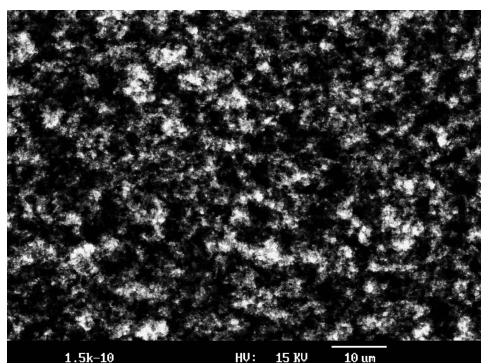
Thickness of coating is 40 μm

图 8 表面组织

Fig.8 Surface structure

理膜层表面就开始出现“沙化”现象,该沙化膜层对镁合金的保护作用非常有限。可见,在 KF+KOH 处理液中,MB8 镁合金交流微弧氧化表面处理膜层的致密膜层最大平均厚度范围为 35~36 μm 。

2.5 处理参数的优化

神经网络建模后,得到了一个 5 自变量的非线性函数 $H=(Z_1, Z_2, Z_3, Z_4, Z_5)$, Z_1 为氟化钾浓度、 Z_2 为氢氧化钾浓度、 Z_3 为调压器输出电压、 Z_4 为处理液温度、 Z_5 为处理时间、 H 为膜层厚度。本优化问题是:在膜层厚度 H 为致密膜层最大平均厚度 35 μm 情况下,寻找合适的 Z_1 、 Z_2 、 Z_3 和 Z_4 ,以使 Z_5 即处理时间取得最小值,这是一个非常复杂的多维空间函数非线性优化问题,采用常规优化方法,根本得不到最优值。

遗传算法是根据生物的优胜劣汰、遗传变异的

种群进化规律形成的一种优化算法,能较好地解决上述问题。设在 n 维空间上考虑一个优化问题:

$$C=f(x_1, x_2, \dots, x_n) \quad (16)$$

随机在 n 维空间上取 m 个点构成该算法的种群,用 C 来评价每个点的优劣,其具体步骤如下:

(1) 计算每个点的评价值 $C_i(i=1, 2, \dots, m)$,根据 C_i 的大小按概率将种群中一半淘汰。

(2) 杂交,将剩下的一半首先自我复制,然后再将 $m/2$ 个随机配对,随机地将每一对的一部分元素互换。

(3) 变异,随机地选种群中的一些点,将其一些元素发生变异(如随机数)。

(4) 新一代产生,转(1)开始下一代的繁殖,这样整个种群总是向着 C 值大的区域移动,最终走到 f 的最大值点。

本例中取 $m=31, n=5$,采用上述算法繁殖 6 000 代后,得到最优值(35, 1 182, 393, 61, 34),也就是,形成 35 μm 厚膜层的交流微弧氧化表面处理技术参数为:氟化钾浓度为 1 182 $\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 、氢氧化钾浓度为 393 $\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 、调压器输出电压为 61 V、处理液温度为 34 $^{\circ}\text{C}$,相应的处理时间值为 116 s,也就是处理时间最小值为 116 s。目前,采用其它处理技术形成 35 μm 厚膜层的处理时间至少在 16~45 min^[18-20],可见,本优化成膜速度较其它处理技术的成膜速度至少提高了 7 倍,这为 MB8 镁合金的应用奠定了坚实的基础,这一快速成膜优化技术已在进一步的实验中得到了证实,如表 3 所示。

表 3 最优处理实验值

Table 3 Optimum treatment data

Sample	Concentration of KF / ($\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$)	Concentration of KOH / ($\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$)	Voltage / V	Temperature of treatment solution / $^{\circ}\text{C}$	Treatment time / s	Coating thickness / μm
1	1 182	393	61	34	116	35.0
2	1 182	393	61	34	116	35.1
3	1 182	393	61	34	116	34.9

3 结 论

(1) 在 MB8 镁合金交流微弧氧化表面处理中,膜层厚度与氟化钾浓度、氢氧化钾浓度、调压器输出电压、处理液温度、处理时间等处理参数之间存在着非常复杂的非线性关系,采用人工神经网络技术可以很好地建立其关系模型。

(2) 经过交流微弧氧化表面处理,可在 MB8

镁合金基体表面形成主要由氟化镁和氧化镁构成的膜层。致密膜层的最大平均厚度范围为 35~36 μm ;当膜层厚度大于 35~36 μm 以后,膜层表面开始出现“沙化”现象。

(3) 采用遗传算法优化出的 MB8 镁合金交流微弧氧化表面处理技术参数为:氟化钾浓度为 1 182 $\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 、氢氧化钾浓度为 393 $\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 、调压器输出电压为 61 V、处理液温度为 34 $^{\circ}\text{C}$ 、处理时间为 116 s,该

处理条件可在 MB8 镁合金表面快速形成 35 μm 厚的致密处理膜层,其成膜速度较其它处理技术的成膜速度至少提高了 7 倍,这为进一步扩大镁合金的应用奠定了基础。

参考文献:

- [1] ZHOU Qiong-Yu(周琼宇), SHENG Min-Qi(盛敏奇), ZHONG Qing-Dong(钟庆东), et al. *Acta Chim. Sinica. (Huaxue Xuebao)*, **2010**, **68**(15):1487-1493
- [2] JIANG Bai-Ling(蒋百灵), ZHANG Xian-Feng(张先锋). *Rare Metal Mat. Eng. (Xiyou Jinshu Cailiao Yu Gongcheng)*, **2005**, **34**(3):393-396
- [3] ZHOU Hong-Fei(郭洪飞), AN Mao-Zhong(安茂忠), HUO Hui-Bin(霍慧彬), et al. *Mat. Sci. Tech. (Cailiao Kexue Yu Gongyi)*, **2006**, **14**(2):116-119
- [4] ZHANG Yong-Jun(张永君), YAN Chuan-Wei(严川伟), LOU Han-Yi(楼翰一), et al. *Mater. Protect. (Cailiao Baohu)*, **2001**, **34**(9):24-26
- [5] DING Wen-Jiang(丁文江). *Science and Technology of Magnesium Alloy*(镁合金科学与技术). Beijing: Science Press, **2007**.
- [6] ZHANG Ding-Fei(张丁非), PENG Jian(彭建), DING Pei-Dao(丁培道). *Mater. Rev. (Cailiao Daobao)*, **2004**, **18**(4):72-76
- [7] YANG You(杨友). *J. Mater. Eng. (Cailiao Gongcheng)*, **2010** (12):44-46
- [8] DAI Chang-Song(戴长松), WU Yi-Yong(吴宜勇). *Ordinance Mater. Sci. Eng. (Bingqi Cailiao Kexue Yu Gongcheng)*, **1997**, **20**(4):35-38
- [9] Umehara H, Takaya M, Kojima Y. *J. Jpn. Inst. Light Met.*, **2000**, **50**(3):109-115
- [10] Gonzalez-Nunez M A, Nunez-Lopez C A, Wilks T E. *Corros. Sci.*, **1995**, **37**(11):1763-1772
- [11] PAN Ming-Qiang(潘明强), CHI Guan-Xin(迟关心). *Mater. Protect. (Cailiao Baohu)*, **2010**, **43**(4):10-14
- [12] Sato F, Asakawa Y, Satoh H. *J. Jpn. Inst. Light Met.*, **1992**, **42**(12):752-758
- [13] GUO Xue-Feng(郭雪锋), PENG Guang-Huai(彭光怀), ZHANG Xiao-Lian(张小联). *Jiangxi Nonferr. Metal (Jiangxi Youse Jinshu)*, **2009**, **23**(2):34-37
- [14] Song R G, Zhang Q Z. *Mat. Sci. Eng. C*, **1995**, **2**(3):39-43
- [15] DU Yun-Hui(杜云慧), ZHANG Peng(张鹏). *J. Tsinghua Univ. (Qinghua Daxue Xuebao)*, **2005**, **45**(11):1464-1467
- [16] Zhang P, Du Y H, Ba L M. *J. Cent. South Univ.*, **2007**, **38** (1):7-12
- [17] JIANG Bai-Ling(蒋百灵), ZHANG Xian-Feng(张先锋), ZHU Jing(朱静). *J. Xi'an Univ. Technol. (Xi'an Ligong Daxue Xuebao)*, **2003**, **19**(4):297-302
- [18] JIANG Bai-Ling(蒋百灵), ZHANG Shu-Fen(张淑芬), WU Jian-Guo(吴国建). *Chin. J. Nonferr. Metal. (Zhongguo Youse Jinshu Xuebao)*, **2002**, **12**(3):454-457
- [19] WANG Ji-Hui(王吉会), YANG Jing(杨静). *T. Mater. Heat Treat. (Cailiao Rechuli Xuebao)*, **2006**, **27**(3):95-99
- [20] Chang L M. *J. Alloy. Compd.*, **2009**, **468**(1-2):462-465