



(19) 中華民國智慧財產局

(12) 發明說明書公告本

(11) 證書號數：TW I534299 B

(45) 公告日：中華民國 105 (2016) 年 05 月 21 日

(21) 申請案號：103140500

(22) 申請日：中華民國 103 (2014) 年 11 月 21 日

(51) Int. Cl. : C23F17/00 (2006.01)

(71) 申請人：財團法人金屬工業研究發展中心 (中華民國) METAL INDUSTRIES RESEARCH & DEVELOPMENT CENTRE (TW)

高雄市楠梓區高楠公路 1001 號

(72) 發明人：翁麗雯 WENG, LI WEN (TW)；曾俊傑 TSENG, CHUN CHIEH (TW)；王躍鈞 WANG, YUE JUN (TW)；伏和中 FU, HO CHUNG (TW)；蘇子可 SUE, TZY Y KER (TW)

(74) 代理人：黃耀霆

(56) 參考文獻：

CN 103173838A

CN 103451700A

審查人員：謝文瑜

申請專利範圍項數：15 項 圖式數：5 共 25 頁

(54) 名稱

鎂合金表面處理方法

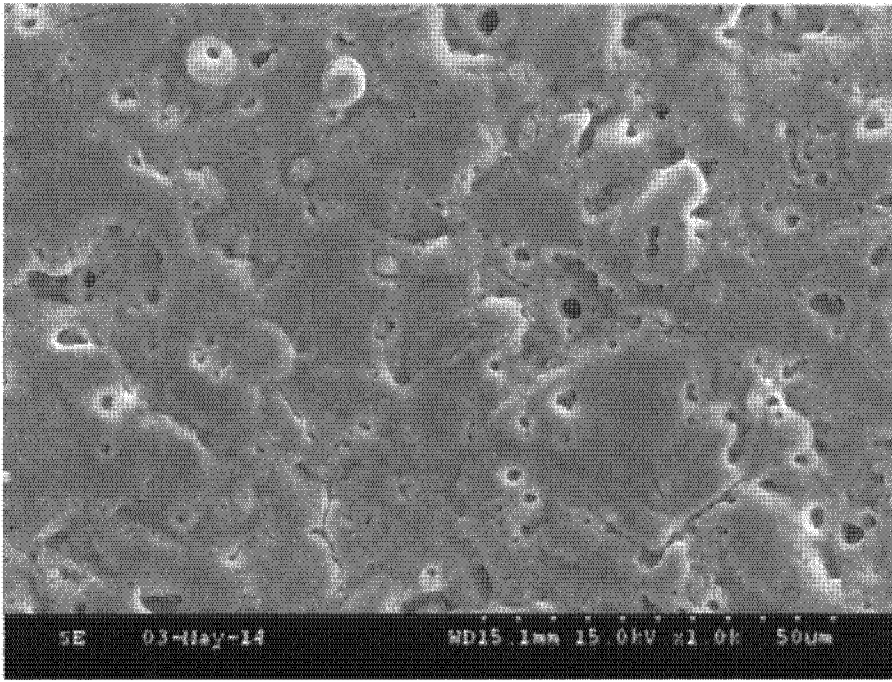
A METHOD FOR PROCESSING THE SURFACE OF MAGNESIUM ALLOY

(57) 摘要

一種鎂合金表面處理方法，係包含：備有一鎂合金基材；將該鎂合金基材進行一微弧氧化反應，以獲得一微弧氧化鎂合金，該微弧氧化鎂合金之表面係具有一氧化膜；將該微弧氧化鎂合金浸泡於一改質溶液中 1 分鐘~5 小時，以獲得一待反應物，該改質溶液包含一矽烷化合物；及將該待反應物於 70~200°C 下進行縮合反應 1 分鐘~5 小時。該鎂合金基材係藉由本發明之鎂合金表面處理方法獲得一經表面處理鎂合金，達到減緩該鎂合金基材的降解速率之功效。

A method for processing the surface of magnesium alloy, which comprises: preparing a magnesium alloy substrate; conduct micro-arc oxidation to the magnesium alloy substrate to obtain a micro-arc oxidized magnesium alloy, and the surface of the micro-arc oxidized magnesium alloy has a oxide film; soaking the micro-arc oxidized magnesium alloy in a modify solution for 1 minute to 5 hours to obtain a pre-reacted object, and the modify solution comprises a silane compound; and conduct a condensation reaction to the pre-reacted object at 70~200°C for 1 minute to 5 hours. After processing the method for processing the surface of magnesium alloy in this invention, the magnesium alloy substrate could form a surface processed magnesium alloy and achieve the effect of decreasing the degrading rate of the magnesium alloy substrate.

指定代表圖：



第 1C 圖

發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動)

【發明名稱】(中文/英文)

鎂合金表面處理方法 / A method for processing the surface of magnesium alloy

【技術領域】

【0001】 本發明係關於一種表面處理方法，特別係關於一種鎂合金表面處理方法。

【先前技術】

【0002】 查，鎂金屬因質地輕，密度及彈性係數等特性皆與人體骨膜相近，並且具有良好的力學特性，同時為生物可降解之物質，因此，由鎂金屬與其他金屬混合製成之鎂合金，具有取代鈦合金及不鏽鋼以作為生醫材料之潛力。

【0003】 然而，由於習用鎂合金的抗腐蝕性差，在生物體內因降解速度過快，容易在短時間內產生過多的鎂離子及氫離子，雖然鎂離子可為人體利用，但是快速產出氫離子則無法被人體於短時間代謝排出，囤積於體內之大量氫離子會導致體液中的 pH 值改變，引起血紅素攜氧量不足及身體異常反應，對人體健康造成危害。

【0004】 有鑑於此，有必要提供一種鎂合金表面處理方法，以解決習用鎂合金降解速率過快而有害於人體健康之問題。

【發明內容】

【0005】 本發明係提供一種鎂合金表面處理方法，使獲得之一經表面處理鎂合金具有較低的降解速率。

【0006】 本發明係提供一種鎂合金基材表面處理方法，該方法所製得之經表面處理鎂合金係適用於作為生醫材料。

公告本

發明摘要

※ 申請案號：103140500

※ 申請日：103.12.21

※IPC 分類：C23F 17/00 2006.01

【發明名稱】(中文/英文)

鎂合金表面處理方法 / A method for processing the surface of magnesium alloy

【中文】

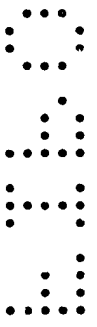
一種鎂合金表面處理方法，係包含：備有一鎂合金基材；將該鎂合金基材進行一微弧氧化反應，以獲得一微弧氧化鎂合金，該微弧氧化鎂合金之表面係具有一氧化膜；將該微弧氧化鎂合金浸泡於一改質溶液中 1 分鐘～5 小時，以獲得一待反應物，該改質溶液包含一矽烷化合物；及將該待反應物於 70～200℃ 下進行縮合反應 1 分鐘～5 小時。該鎂合金基材係藉由本發明之鎂合金表面處理方法獲得一經表面處理鎂合金，達到減緩該鎂合金基材的降解速率之功效。

【英文】

A method for processing the surface of magnesium alloy, which comprises: preparing a magnesium alloy substrate; conduct micro-arc oxidation to the magnesium alloy substrate to obtain a micro-arc oxidized magnesium alloy, and the surface of the micro-arc oxidized magnesium alloy has a oxide film; soaking the micro-arc oxidized magnesium alloy in a modify solution for 1 minute to 5 hours to obtain a pre-reacted object, and the modify solution comprises a silane compound; and conduct a condensation reaction to the pre-reacted object at 70～200℃ for 1 minute to 5 hours. After processing the method for processing the surface of magnesium alloy in this invention, the

magnesium alloy substrate could form a surface processed magnesium alloy and achieve the effect of decreasing the degrading rate of the magnesium alloy substrate.

1 5 . 5 1 2 0 0 1



【代表圖】

【本案指定代表圖】：第（ 1C ）圖。

【本代表圖之符號簡單說明】：

（無）

【本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式】：

（無）

【0007】 一種鎂合金表面處理方法，係包含：備有一鎂合金基材；將該鎂合金基材進行一微弧氧化反應，以獲得一微弧氧化鎂合金，該微弧氧化鎂合金之表面係具有一氧化膜；將該微弧氧化鎂合金浸泡於一改質溶液中，該改質溶液包含一矽烷化合物，直至該改質溶液中的該矽烷化合物附著於該微弧氧化鎂合金表面，以獲得一待反應物；及將該待反應物於 70~200°C 下進行縮合反應，直至矽烷基與氫氧基作用脫去水，以獲得一經表面處理鎂合金，該經表面處理鎂合金包含一經縮合反應之氧化膜，其中，該氧化膜具有數個孔隙，且該微弧氧化鎂合金浸泡於該改質溶液前，係先浸泡於 70~150°C 的水中，直至該氧化膜的數個孔隙縮小。

【0008】 本發明之鎂合金表面處理方法，其中，將該微弧氧化鎂合金浸泡於該改質溶液中 1 分鐘~5 小時。

【0009】 本發明之鎂合金表面處理方法，其中，將該待反應物於 70~200°C 下進行縮合反應 1 分鐘~5 小時。

【0010】 本發明之鎂合金表面處理方法，其中，該矽烷化合物為 3-氨基丙基三甲氧基矽烷、硫醇基丙基三甲氧基矽烷或六甲基二矽氮烷。

【0011】 本發明之鎂合金表面處理方法，其中，該改質溶液係含有以體積百分比計 3~20% 之該矽烷化合物。

【0012】 本發明之鎂合金表面處理方法，其中，該微弧氧化鎂合金浸泡於該改質溶液中 10~60 分鐘，以獲得該待反應物。

【0013】 本發明之鎂合金表面處理方法，其中，該待反應物在 80~150°C 下縮合反應 20~60 分鐘。

【0014】 本發明之鎂合金表面處理方法，其中，該氧化膜之材質為由氧化鎂、氫氧化鎂及矽酸鎂所組成之群組。

【0015】 本發明之鎂合金表面處理方法，其中，該經縮合反應之氧化膜之厚度為 5~50 mm。

【0016】 本發明之鎂合金表面處理方法，其中，該經縮合反應之氧化膜具有一第一表面及一第二表面，該經縮合反應之氧化膜以該第一表面結合於該鎂合金基材，並且該經縮合反應之氧化膜內部距離該第二表面 0~5 mm 之孔隙率為 3~5%，該經縮合反應之氧化膜內部距離該第二表面 5~10 mm 之孔隙率為 2~3%，且該經縮合反應之氧化膜內部距離該第二表面 10~50 mm 之孔隙率小於 1%。

【0017】 本發明之鎂合金表面處理方法，其中，該微弧氧化鎂合金浸泡於該改質溶液前，係先浸泡於 70~150°C 的水中 1 分鐘~5 小時。

【0018】 本發明之鎂合金表面處理方法，其中，進行該微弧氧化反應之電流密度為 20~500 mA/cm²、脈衝頻率為 500~5000 Hz、占空比為 10~60%且進行時間為 5~30 分鐘。

【0019】 本發明之鎂合金表面處理方法，其中，係將該鎂合金基材置於一電解液中進行該微弧氧化反應，該電解液的 pH 值呈鹼性。

【0020】 本發明之鎂合金表面處理方法，其中，該電解液係藉由氫氧化鈉、磷酸鈉、偏矽酸鈉、鹽類螯合劑與含鈣鹽類調配製得。

【0021】 本發明之鎂合金表面處理方法，其中，係藉由上述之鎂合金表面處理方法所製得。

【0022】 本發明之鎂合金表面處理方法，依序藉由將該鎂合金基材進行微弧氧化反應、浸泡於該改質溶液及施以熱能，以獲得該經表面處理鎂合金，進而達到減緩該鎂合金基材的降解速率之功效。

【0023】 本發明之鎂合金表面處理方法所獲得之該經表面處理鎂合金係具有抗腐蝕能力，可以以適當的降解速率於人體中分解，係適合作為生醫材料，並達到避免造成人體健康危害之功效。

【圖式簡單說明】

【0024】

第 1A 圖：係本發明之鎂合金表面處理方法所得之經表面處理鎂合金第 1-0 組之表面 SEM 影像圖。

第 1B 圖：本發明之鎂合金表面處理方法所得之經表面處理鎂合金第 1-1 組之表面 SEM 影像圖。

第 1C 圖：係本發明之鎂合金表面處理方法所得之經表面處理鎂合金第 1-2 組之表面 SEM 影像圖。

第 1D 圖：係本發明之鎂合金表面處理方法所得之經表面處理鎂合金第 2-0 組之表面 SEM 影像圖。

第 1E 圖：本發明之鎂合金表面處理方法所得之經表面處理鎂合金第 2-1 組之表面 SEM 影像圖。

第 1F 圖：係本發明之鎂合金表面處理方法所得之經表面處理鎂合金第 2-2 組之表面 SEM 影像圖。

第 2 圖：係本發明之鎂合金表面處理方法所得之經表面處理鎂合金第 1-2 組之剖面 SEM 影像圖。

第 3A 圖：係本發明之鎂合金表面處理方法所得之經表面處理鎂合金於鹽霧試驗前第 1-0 組之表面影像圖。

第 3B 圖：係本發明之鎂合金表面處理方法所得之經表面處理鎂合金於鹽霧試驗前第 1-1 組之表面影像圖。

第 3C 圖：係本發明之鎂合金表面處理方法所得之經表面處理鎂合金於鹽霧試驗前第 1-2 組之表面影像圖。

第 3D 圖：係本發明之鎂合金表面處理方法所得之經表面處理鎂合金於鹽霧試驗後第 2-0 組之表面影像圖。

第 3E 圖：係本發明之鎂合金表面處理方法所得之經表面處理鎂合金於鹽霧試驗後第 2-1 組之表面影像圖。

第 3F 圖：係本發明之鎂合金表面處理方法所得之經表面處理鎂合金

於鹽霧試驗後第 2-2 組之表面影像圖。

第 4A 圖：係本發明之鎂合金表面處理方法所得之經表面處理鎂合金於鹽霧試驗前第 1-0 組之表面影像圖。

第 4B 圖：係本發明之鎂合金表面處理方法所得之經表面處理鎂合金於鹽霧試驗前第 1-1 組之表面影像圖。

第 4C 圖：係本發明之鎂合金表面處理方法所得之經表面處理鎂合金於鹽霧試驗前第 1-2 組之表面影像圖。

第 4D 圖：係本發明之鎂合金表面處理方法所得之經表面處理鎂合金於鹽霧試驗後第 2-0 組之表面影像圖。

第 4E 圖：係本發明之鎂合金表面處理方法所得之經表面處理鎂合金於鹽霧試驗後第 2-1 組之表面影像圖。

第 4F 圖：係本發明之鎂合金表面處理方法所得之經表面處理鎂合金於鹽霧試驗後第 2-2 組之表面影像圖。

第 5 圖：係本發明之鎂合金表面處理方法所得之經表面處理鎂合金之剖面 SEM 影像圖。

【實施方式】

【0025】 為讓本發明之上述及其他目的、特徵及優點能更明顯易懂，下文特舉本發明之較佳實施例，並配合所附圖式，作詳細說明如下：

【0026】 本發明之鎂合金表面處理方法，係包含：備有一鎂合金基材；將該鎂合金基材進行一微弧氧化反應，以獲得一微弧氧化鎂合金；將該微弧氧化鎂合金浸泡於一改質溶液中，以獲得一待反應物；及施以一熱能使該待反應物進行縮合反應，以獲得一經表面處理鎂合金。

【0027】 詳言之，該鎂合金基材的材質可以為金屬鎂與其他金屬之合金，其他金屬可為鋁、鋅、錳、鈾、鈦或鉛等金屬。該鎂合金基材係可以用於鑄造、壓鑄、擠壓、鍛造或焊接等，該鎂合金基材的材質係可以為鎂

鋁合金、鎂錳合金、鎂鋁鋅合金或鎂鋅銦合金等，具體而言，該鎂合金基材的材質可以為 AZ31、AZ91 或 ZK60 等鎂合金，其中，AZ31 之成分為以重量百分比計 3~3.2%的鋁、0.8%之鋅、0.4%之錳，剩餘成份為鎂，而 ZK60 之成分為以重量百分比計 6.3%之鋅、0.49%之銦，剩餘成份為鎂，然而該鎂合金基材的材質並不以此為限。另外，該鎂合金基材可以為任意形狀，例如塊狀或片狀等，在此並不對該鎂合金基材的形狀多做限制。於本實施例中，該鎂合金基材的材質可以為 AZ31 及 ZK60，且其形狀為片狀；更進一步說明，因 AZ31 中含有約 3%的微量鋁而可增加其為鎂合金基材時之抗蝕性，惟現今醫療上對含鋁金屬尚存有疑慮，故較佳者係選擇未含鋁之 ZK60 為該鎂合金基材。

【0028】較佳地，該鎂合金基材在進行該微弧氧化反應前，係可以先行一前處理，該前處理包含利用一研磨件以研磨該鎂合金基材表面，接著，將經研磨之鎂合金基材依序放入體積百分比為 10%之氫氧化鈉水溶液中清洗 180 秒，以及重量百分濃度為 96%之醋酸水溶液中清洗 30 秒，續將經氫氧化鈉水溶液及醋酸水溶液清洗之鎂合金基材以無水酒精浸泡並乾燥之，以去除該鎂合金基材表面可能具有的結構不緻密之氧化層，以利於進行後續的該微弧氧化反應。

【0029】續將該鎂合金基材進行該微弧氧化反應 (Micro-arc oxidation, MAO)，以獲得該微弧氧化鎂合金，在該微弧氧化反應的過程中，該鎂合金基材在熱化學、電化學、電漿體化學的共同作用下發生強烈反應，經歷熔融、噴發、結晶及高溫相變，以於該鎂合金基材的表面形成一氧化膜，該氧化膜係具有數個孔隙。該氧化膜的主要成分為鎂氧化物，於本實施例中，該氧化膜的材質可以為由氧化鎂 (MgO)、氫氧化鎂 (Mg(OH)₂) 及矽酸鎂 (MgSiO₄、Mg₂SiO₃) 所組成之群組。

【0030】詳而言之，當將該鎂合金基材進行該微弧氧化反應時，係將

該鎂合金基材置於一電解液中，並以該鎂合金基材作為正極，負極則為不鏽鋼片，在正負極之間通以電流，以獲得該微弧氧化鎂合金。詳言之，於本實施例之該微弧氧化反應進行時，係可以於正負極之間通以脈衝電流，且相關的該微弧氧化反應之參數如下所述：電流密度為 $20\sim 500\text{ mA/cm}^2$ 、脈衝頻率為 $500\sim 5000\text{ Hz}$ 、占空比 (duty cycle) 為 $10\sim 60\%$ 、進行時間為 $5\sim 30$ 分鐘，以上述該微弧氧化反應之參數對該鎂合金基材進行微弧氧化反應，係可以使獲得之微弧氧化鎂合金之該氧化膜具有適當的耐蝕性。

【0031】 在此值得一提的是，該電解液的 pH 值呈鹼性，且該電解液可以藉由氫氧化鈉、磷酸鈉、偏矽酸鈉、鹽類螯合劑與含鈣鹽類等化合物所配置而成，該電解液之組成係會影響該氧化膜之材質，此屬本領域具有通常知識者所能理解。於本實施例中，由於該電解液呈鹼性，對環境的污染可以降低，具有減少該微弧氧化反應對環境的破壞之功效，再者，用以配置該電解液的化合物皆易於取得，因此可以降低該微弧氧化反應之電解液配置的難度，且於本發明中並不限制該鎂合金基材的材質，進而可對醫療用或工業用的多種鎂合金基材進行該微弧氧化反應。

【0032】 較佳地，該微弧氧化鎂合金在浸泡於該改質溶液前，可以先行置放於 $70\sim 150^\circ\text{C}$ 的水中以進行縮孔反應，藉此縮小該氧化膜的孔隙，縮孔反應的時間可以為 1 分鐘~5 小時，使該氧化膜更得以屏蔽外界的水氣及氧氣，以增加該微弧氧化鎂合金的抗腐蝕能力。於本實施例中，將該微弧氧化鎂合金浸泡於 100°C 水中 $15\sim 30$ 分鐘，經縮孔反應之微弧氧化鎂合金再進一步於 60°C 乾燥 2 小時。接續以該改質溶液對經縮孔及乾燥之微弧氧化鎂合金進行矽烷化反應，並生成該待反應物。

【0033】 續將該微弧氧化鎂合金浸泡於該改質溶液中 1 分鐘~5 小時，以對該微弧氧化鎂合金進行表面矽烷化 (silylation) 處理，使該微弧氧化鎂合金表面吸附矽烷化合物，並獲得該待反應物。詳言之，該改質溶

液包含一矽烷化合物，該矽烷化合物係具有至少一矽烷基 (silyl group)，具體而言，該矽烷化合物可以為 3-氨基丙基三甲氧基矽烷 ((3-aminopropyl)triethoxysilane, APTES)、硫醇基丙基三甲氧基矽烷 ((3-mercaptopropyl) trimethoxysilane, MPTMS) 或六甲基二矽氮烷 (bis(trimethylsilyl)amine, HMDS) 等，以能具有形成中間介質層之作用為選擇該矽烷化合物的依據，但並不限於上述之化合物，於本實施例中，該改質溶液中的矽烷化合物為硫醇基丙基三甲氧基矽烷。較佳地，該微弧氧化鎂合金係於真空環境中浸泡於該改質溶液中，以避免該改質溶液與空氣中的物質作用而反應變質。在該改質溶液中，若該矽烷化合物於該改質溶液之體積百分比過高，反而會使該矽烷化合物於該微弧氧化鎂合金表面的鍵結不易，故該改質溶液較佳包含以體積百分比計 3~20%之該矽烷化合物，以減少表面改質失敗的情況，於本實施例中，該微弧氧化鎂合金浸泡於該改質溶液中 10~60 分鐘，以獲得該待反應物。

【0034】 獲得該待反應物後，接著將該待反應物於 70~200°C 下縮合反應，於此反應中，經吸附於該微弧氧化鎂合金表面之該矽烷化合物與該微弧氧化鎂合金進行縮合作用，直至該矽烷化合物之矽烷基與該微弧氧化鎂合金表面的氫氧基作用脫去水，縮合反應進行的時間可以為 1 分鐘~5 小時。詳言之，該微弧氧化鎂合金之表面與該矽烷化合物交界處係含有氫氧基 (hydroxyl group)，在 70~200°C 的環境下，氫氧基與矽烷基產生縮合反應，並蒸發去除縮合反應所產生的水，以獲得該經表面處理鎂合金，其係包含一經縮合反應之氧化膜。於本實施例中，係將該待反應物在 80~150 °C 下縮合反應 20~60 分鐘，以獲得該經表面處理鎂合金。

【0035】 本發明之該經表面處理鎂合金係由上述之鎂合金表面處理方法所製備而得，該經表面處理鎂合金係包含該鎂合金基材及該經縮合反應之氧化膜，該經縮合反應之氧化膜具有一第一表面及一第二表面，該氧

化膜以該第一表面與該鎂合金基材相結合，該第二表面係較該第一表面遠離該鎂合金基材，該經縮合反應之氧化膜的厚度約 5~50 μm 。並且，隨著該經縮合反應之氧化膜內部與該第二表面的距離增加，該經縮合反應之氧化膜內部的孔隙率逐漸減少，詳言之，該經縮合反應之氧化膜內部距離該第二表面 0~5 μm 之孔隙率為 3~5%，該經縮合反應之氧化膜內部距離該第二表面 5~10 μm 之孔隙率為 2~3%，且該經縮合反應之氧化膜內部距離該第二表面 10~50 μm 之孔隙率小於 1%，藉由特殊的孔隙分佈關係，可以增加該經縮合反應之氧化膜及該矽烷基對該鎂合金基材的保護力。

【0036】 爲了證實本發明之經表面處理鎂合金確實具有良好的抗腐蝕性，以減緩降解速度，係進行下列試驗：

【0037】 (A) 電化學分析

【0038】 於本試驗中，係針對材質爲 AZ31 及 ZK60 之鎂合金基材分別進行微弧氧化反應後之微弧氧化鎂合金（依序爲第 1-1 組及第 2-1 組），以及將第 1-1 組及第 2-1 組接續於真空下浸泡於該改質溶液，並於 100°C 下於烘箱中反應 30 分鐘所獲得之該經表面處理鎂合金（依序爲第 1-2 組及第 2-2 組），進一步利用電化學分析法進行分析，同時以材質爲 AZ31 及 ZK60 之鎂合金基材作爲對照組（依序爲第 1-0 組及第 2-0 組），結果如下表 1 所示。

【0039】 表 1：各組別之電化學分析結果

組別	1-0	1-1	1-2	2-0	2-1	2-2
腐蝕電流密度 ($\times 10^{-7} \text{mA/cm}^2$)	290	8.07	2.81	253	45	19.8

【0040】 經由上述試驗可以得知，以 AZ31 爲材質之樣品的腐蝕電流密度由小至大依序爲第 1-2 組、第 1-1 組及第 1-0 組，而由以 ZK60 爲材質之樣品的腐蝕電流密度由小至大依序爲第 2-2 組、第 2-1 組及第 2-0 組，由 5

此可知經由微弧氧化反應之該微弧氧化鎂合金的抗腐蝕明顯優於該鎂合金基材，而續進行矽烷化反應後之該經表面處理鎂合金的抗腐蝕性較該微弧氧化鎂合金來的高，顯示經由本發明之鎂合金表面處理方法確實可以有效減緩該鎂合金基材之腐蝕情況。

【0041】 (B) SEM 影像

【0042】 對上述第 1-0、1-1、1-2 組及第 2-0、2-1、2-2 組分別拍攝表面 SEM 影像，其結果依序如第 1A~1F 圖所示，在本試驗中，另針對第 1-2 組拍攝剖面 SEM 影像，如第 2 圖所示。由 SEM 影像可以得知經由該微弧氧化反應所得之該微弧氧化鎂合金表面並不平整，顯示該第 1-1、1-2、2-1 及 2-2 組皆具有該經縮合反應之氧化膜，並且，該經縮合反應之氧化膜係具有數個孔隙，另外，由第 2 圖更可以進一步地得知該經縮合反應之氧化膜厚度約為 15~16 μm ，此厚度之經縮合反應之氧化膜係具有阻隔外界腐蝕因子之能力。

【0043】 (C) 鹽霧測試

【0044】 係針對第 1-0、1-1、1-2 組及第 2-0、2-1、2-2 組依據 ASTM B-117 的鹽霧試驗規範進行試驗，並將試驗前之樣品與試驗後之樣品分別拍攝影像，樣品與影像的對應係如下表 2 及表 3 所示。

【0045】 表 2：以 AZ31 為材質之樣品於鹽霧試驗中影像與樣品別之對應關係

	第 1-0 組	第 1-1 組	第 1-2 組
鹽霧試驗前	第 3A 圖	第 3B 圖	第 3C 圖
鹽霧試驗後	第 3D 圖	第 3E 圖	第 3F 圖

【0046】 表 3：以 ZK60 為材質之樣品於鹽霧試驗中影像與樣品別之對應關係

	第 2-0 組	第 2-1 組	第 2-2 組
鹽霧試驗前	第 4A 圖	第 4B 圖	第 4C 圖
鹽霧試驗後	第 4D 圖	第 4E 圖	第 4F 圖

【0047】請先參照第 3A~3F 圖所示，以 AZ31 為材質之第 1-0 組於鹽霧試驗後，表面遭到鏽蝕的情況相當嚴重，相較之下第 1-1 及 1-2 組經鹽霧試驗後，表面均未產生明顯鏽點，請再參照第 4A~4F 圖，相類似的結果亦呈現於以 ZK60 為材質之樣品，第 4D 圖中樣品的鏽蝕狀況明顯，而第 4E 及 4F 圖之樣品則未發現鏽點，由此可證，本發明之鎂合金表面處理方法具有提高該鎂合金基材抗鏽蝕能力之功效。

【0048】 (D) 氧化膜的孔隙分佈影像

【0049】請參照第 5 圖所示，此為對該經表面處理鎂合金之剖面進行 SEM 影像拍攝所獲得之圖，由第 5 圖可明顯觀察到該經縮合反應之氧化膜，以及該經縮合反應之氧化膜之該第一表面 S1 及該第二表面 S2，該經縮合反應之氧化膜內部具有數個孔隙，隨著該經縮合反應之氧化膜內部與該第二表面 S2 的距離增加，該經縮合反應之氧化膜內部的孔隙率逐漸減少。針對該經縮合反應之氧化膜內部的孔隙分布進行分析，證實該經縮合反應之氧化膜內部距離該第二表面 S2 0~5 μm 之孔隙率為 3~5%，該經縮合反應之氧化膜內部距離該第二表面 S2 5~10 μm 之孔隙率為 2~3%，且該經縮合反應之氧化膜內部距離該第二表面 S2 10~50 μm 之孔隙率小於 1%。

【0050】綜上所述，本發明之鎂合金表面處理方法藉由對該鎂合金基材進行微弧氧化反應，並將獲得之該微弧氧化鎂合金續浸泡於該改質溶液中，以獲得該待反應物，最後對該待反應物施以熱能使其進行縮合反應，以生成該經表面處理鎂合金，該經表面處理鎂合金之抗腐蝕能力有著顯著提升，進而可以達到減緩該鎂合金基材的降解速率之功效，再者，當該經

表面處理鎂合金作為生醫材料時，係可緩慢的分解以穩定的釋放氫離子及鎂離子，使人體不至於囤積過多氫離子而造成血液 pH 值大幅改變，進而達到避免造成人體健康危害之功效。

【0051】 雖然本發明已利用上述較佳實施例揭示，然其並非用以限定本發明，任何熟習此技藝者在不脫離本發明之精神和範圍之內，相對上述實施例進行各種更動與修改仍屬本發明所保護之技術範疇，因此本發明之保護範圍當視後附之申請專利範圍所界定者為準。

【符號說明】

【0052】

〔本發明〕

S1 第一表面

S2 第二表面

【生物材料寄存】

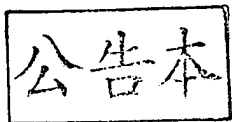
國內寄存資訊【請依寄存機構、日期、號碼順序註記】

(無)

國外寄存資訊【請依寄存國家、機構、日期、號碼順序註記】

(無)

● 【序列表】(請換頁單獨記載)



申請專利範圍

1. 一種鎂合金表面處理方法，係包含：

備有一鎂合金基材；

將該鎂合金基材進行一微弧氧化反應，以獲得一微弧氧化鎂合金，該微弧氧化鎂合金之表面係具有一氧化膜；

將該微弧氧化鎂合金浸泡於一改質溶液中，該改質溶液包含一矽烷化合物，直至該改質溶液中的該矽烷化合物附著於該微弧氧化鎂合金表面，以獲得一待反應物；及

將該待反應物於 70~200°C 下進行縮合反應，直至矽烷基與氫氧基作用脫去水，以獲得一經表面處理鎂合金，該經表面處理鎂合金包含一經縮合反應之氧化膜，其中，該氧化膜具有數個孔隙，且該微弧氧化鎂合金浸泡於該改質溶液前，係先浸泡於 70~150°C 的水中，直至該氧化膜的數個孔隙縮小。

2. 如申請專利範圍第 1 項所述之鎂合金表面處理方法，其中，將該微弧氧化鎂合金浸泡於該改質溶液中 1 分鐘~5 小時。
3. 如申請專利範圍第 1 項所述之鎂合金表面處理方法，其中，將該待反應物於 70~200°C 下進行縮合反應 1 分鐘~5 小時。
4. 如申請專利範圍第 1 項所述之鎂合金表面處理方法，其中，該矽烷化合物為 3-氨基三甲氧基矽烷、硫醇基丙基三甲氧基矽烷或六甲基二矽氮烷。
5. 如申請專利範圍第 1 項所述之鎂合金表面處理方法，其中，該改質溶液係含有以體積百分比計 3~20% 之該矽烷化合物。
6. 如申請專利範圍第 1 項所述之鎂合金表面處理方法，其中，該微弧氧化鎂合金浸泡於該改質溶液中 10~60 分鐘，以獲得該待反應物。
7. 如申請專利範圍第 1 項所述之鎂合金表面處理方法，其中，該待反應物

在 80~150°C 下縮合反應 20~60 分鐘。

8. 如申請專利範圍第 1 項所述之鎂合金表面處理方法，其中，該氧化膜之材質為由氧化鎂、氫氧化鎂及矽酸鎂所組成之群組。
9. 如申請專利範圍第 1 項所述之鎂合金表面處理方法，其中，該經縮合反應之氧化膜之厚度為 5~50 μm 。
10. 如申請專利範圍第 1 項所述之鎂合金表面處理方法，其中，該經縮合反應之氧化膜具有一第一表面及一第二表面，該經縮合反應之氧化膜以該第一表面結合於該鎂合金基材，並且該經縮合反應之氧化膜內部距離該第二表面 0~5 μm 之孔隙率為 3~5%，該經縮合反應之氧化膜內部距離該第二表面 5~10 μm 之孔隙率為 2~3%，且該經縮合反應之氧化膜內部距離該第二表面 10~50 μm 之孔隙率小於 1%。
11. 如申請專利範圍第 1 項所述之鎂合金表面處理方法，其中，該微弧氧化鎂合金浸泡於該改質溶液前，係先浸泡於 70~150°C 的水中 1 分鐘~5 小時。
12. 如申請專利範圍第 1 項所述之鎂合金表面處理方法，其中，進行該微弧氧化反應之電流密度為 20~500 mA/cm^2 、脈衝頻率為 500~5000 Hz、占空比為 10~60%且進行時間為 5~30 分鐘。
13. 如申請專利範圍第 1 項所述之鎂合金表面處理方法，其中，係將該鎂合金基材置於一電解液中進行該微弧氧化反應，該電解液的 pH 值呈鹼性。
14. 如申請專利範圍第 13 項所述之鎂合金表面處理方法，其中，該電解液係藉由氫氧化鈉、磷酸鈉、偏矽酸鈉、鹽類螯合劑與含鈣鹽類調配製得。
15. 一種經表面處理之鎂合金，係藉由申請專利範圍第 1~14 項任一項所述之鎂合金表面處理方法所製得。