



(21) 申请号 202211452729.3

(22) 申请日 2022.11.21

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 115725882 A

(43) 申请公布日 2023.03.03

(73) 专利权人 郑州轻研合金科技有限公司

地址 450041 河南省郑州市上街区科学大道1106号

(72) 发明人 肖阳 高源 刘志鹏 解海涛

张瑗月 朱世杰 刘金学 关绍康  
何季麟

(74) 专利代理机构 郑州联科专利事务所(普通

合伙) 41104

专利代理师 张晓萍

(51) Int.Cl.

G22C 23/02 (2006.01)

G22C 1/03 (2006.01)

G22F 1/06 (2006.01)

B21B 1/02 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 105624494 A, 2016.06.01

CN 112789360 A, 2021.05.11

JP 特開2002-266057 A, 2002.09.18

郑飞燕等. 微量Sr对AZ91D镁合金凝固过程的影响. 特种铸造及有色冶金. 2006, 第26卷(第11期), 第745-747页.

审查员 李子晗

权利要求书1页 说明书6页 附图2页

(54) 发明名称

一种高强韧AZ系镁合金板材及其制备方法

(57) 摘要

本发明属于镁合金材料加工技术领域,具体涉及一种高强韧AZ系镁合金板材及其制备方法。本发明所述高强韧AZ系镁合金板材,通过合金化、挤压、预处理、热轧多重手段提高AZ系镁合金板材的力学性能。所述高强韧AZ系镁合金板材采用镁合金铸锭制备得到,所述镁合金铸锭由以下质量百分比的组分组成:Al:6%-9%,Zn:0.4%-1.2%,Mn:0.1-0.5%,Sr:0.1%-0.4%,Sc:0.1-0.5%,RE:0.3-0.8%,余量为Mg;所述RE为La、Ce混合稀土。本发明制备的镁合金板材的抗拉强度不低于400MPa,屈服强度不低于350MPa,延伸率不低于12%,显著改善了常规AZ系镁合金“热轧+时效”工艺延伸率不足的问题。本发明涉及的AZ系镁合金板材工艺流程简单,成本较低,综合力学性能较高,具有较好应用前景。

1. 一种高强韧AZ系镁合金板材的制备方法,其特征在于,所述镁合金板材采用镁合金铸锭制备得到,所述镁合金铸锭由以下质量百分比的组分组成:Al:6%-9%,Zn:0.4%-1.2%,Mn:0.1%-0.5%,Sr:0.1%-0.4%,Sc:0.1%-0.5%,RE:0.3%-0.8%,余量为Mg;所述RE为La、Ce混合稀土;

所述制备方法包括如下步骤:

(1) 铸锭的制备:按照镁合金中各组分的质量百分比进行配料,然后加热熔化进行熔炼,熔炼后浇铸,获得铸坯;

(2) 均匀化热处理:将步骤(1)得到的铸坯车去表皮,并加热至400℃-420℃,保温10-20h后取出,空冷或水冷并得到均匀化铸棒;

(3) 挤压:将步骤(2)热处理得到的铸棒进行挤压,挤压温度360-390℃,得到挤压板材;

(4) 预处理:将步骤(3)得到的挤压板材进行冷轧预变形,随后进行时效处理,然后冷却至室温,得到预处理板材;

(5) 热轧:将步骤(4)得到的预处理板材在300-360℃进行轧制,最后得到高强韧AZ系镁合金板材产品;

步骤(4)中冷轧沿挤压方向单道次轧制,冷轧压下量为10%;

步骤(4)中时效处理的温度为170-200℃,保温时间为8-12h,冷却方式为空冷或水冷;

步骤(5)中轧制时单道次压下量为10%-30%,总压下量为60%-80%。

2. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,La、Ce混合稀土中,La与Ce的质量比为1:(2-3)。

3. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,步骤(1)的熔铸过程为:配料后,将各原料加热至700-750℃进行熔化,并在700-750℃下进行搅拌10-15min,再静置10-20min,得到浇铸液,将浇铸液浇铸成型,得到铸坯。

4. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,步骤(1)熔炼过程持续充入保护气体,所述保护气体为SF<sub>6</sub>和CO<sub>2</sub>的混合气体,其体积比为1:(18-20)。

5. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,步骤(1)中所用原料为纯镁锭、纯铝锭、纯锌锭、Mg-Sr中间合金、Mg-Mn中间合金、Mg-Sc中间合金、Mg-Ce中间合金和Mg-La中间合金。

6. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,步骤(3)中挤压比为(10-20):1。

## 一种高强韧AZ系镁合金板材及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于镁合金材料加工技术领域,具体涉及一种高强韧AZ系镁合金板材及其制备方法。

### 背景技术

[0002] 镁合金是目前最轻的金属结构材料,减重效果显著,与其他传统金属材料相比还具有高比强度和高比刚度等优点,在国防军工、交通运输、航空航天等领域有着十分广阔的应用前景。

[0003] 目前商用变形镁合金以Mg-Al系、Mg-Zn系和Mg-RE系为主,在Mg-Al系中,以Mg-Al-Zn三种元素为主的AZ系镁合金拥有较好的力学性能、铸造性能和较低的成本,因此得到了广泛的关注。但是,商用的AZ系变形镁合金,如AZ80镁合金,抗拉强度仅为345MPa左右,AZ系变形镁合金抗拉强度在400MPa以上的很少,存在绝对强度不足的问题。虽然,AZ系镁合金可进行时效强化,但是析出相数量较少,响应时间较长,强化效果有限,且延展性大幅下降,难以达到高强度和高塑性的良好匹配,严重限制了AZ系镁合金的应用。

[0004] 针对上述问题,许多研究人员利用合金化的手段改善镁合金的力学性能。例如,公开号为CN 108950333 A的中国发明专利公开了一种高性能Mg-Al-Zn-Mn-Ca镁合金及其制备方法,该发明通过加入Ca元素细化晶粒,提升合金的延展性,但合金强度不足,抗拉强度仅为300-356MPa。又如,公开号为CN 112322948 A的中国发明专利在AZ80镁合金成分基础上添加了Y、Ce等元素,并限定“Y:0.001-0.1%,Ce:0.001-0.1%,Y和Ce的质量百分比之和满足:0.1%≤Y+Ce≤0.2%”,由于稀土Y、Ce在镁合金中有较大固溶度,仅添加较少含量的稀土元素无法有效发挥其时效强化效果,该专利中合金屈服强度明显不足,仅为250MPa。又如,公开号为CN 106917021 A的中国发明专利公开了一种高塑耐热AZ系高铝镁合金挤压材及其制备方法,其中“Al含量为9.0-11.0%”,添加较高含量的铝元素,易导致Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>相的粗化,不利于合金的力学性能。

[0005] 上述专利中,虽然通过加入碱土元素或稀土元素改善镁合金的力学性能,但仍存在强度不足的问题。为此,研究人员通过开发新型加工工艺来改善镁合金性能。公开号为CN 111793778 A的中国发明专利公开了一种制备高强塑性混晶结构镁合金的方法,通过等径角挤压制备具有混晶结构镁合金,提高了合金的加工硬化和塑性变形能力,但是每道次挤压后需进行旋转操作,道次间需长时间保温,增加了工艺复杂性,效率低下,且产品尺寸较小,限制了其工业应用。公开号为CN 111570512 A的中国发明专利公开了一种高强韧镁合金板材及其叠合压轧制备方法,采用叠合压轧方法实现了单道次大压下量的轧制,但是由于轧制工艺的特殊性,难以实现工业化应用。

[0006] 因此,如何在降低成本、简化工艺的同时,提高AZ系镁合金的强度和塑性,是扩大镁合金应用的关键。

## 发明内容

[0007] 本发明针对现有镁合金的不足,提出了一种高强韧AZ系镁合金板材,通过合金化、挤压、预处理、热轧多重手段提高AZ系镁合金板材的力学性能。

[0008] 本发明还提出了所述高强韧AZ系镁合金板材的制备方法。

[0009] 基于上述目的,本发明采取如下技术方案:

[0010] 一种高强韧AZ系镁合金板材,所述镁合金板材采用镁合金铸锭制备得到,所述镁合金铸锭由以下质量百分比的组分组成:Al:6%-9%,Zn:0.4%-1.2%,Mn:0.1-0.5%,Sr:0.1%-0.4%,Sc:0.1-0.5%,RE:0.3-0.8%,余量为Mg。

[0011] 具体的,所述RE为La、Ce混合稀土;La、Ce混合稀土中,La与Ce的质量比为1:(2-3),优选为3:7。

[0012] 所述高强韧AZ系镁合金板材的制备方法,包括如下步骤:

[0013] (1) 铸锭的制备:按照镁合金中各组分的质量百分比进行配料,然后加热熔化进行熔炼,熔炼后浇铸,获得铸坯;

[0014] (2) 均匀化热处理:将步骤(1)得到的铸坯车去表皮,并加热至400°C-420°C,保温10-20h后取出,空冷或水冷并得到均匀化铸棒;

[0015] (3) 挤压:将步骤(2)热处理得到的铸棒进行挤压,挤压温度360-390°C,得到挤压板材;

[0016] (4) 预处理:将步骤(3)得到的挤压板材进行冷轧预变形,随后进行时效处理,然后冷却至室温,得到预处理板材;

[0017] (5) 热轧:将步骤(4)得到的预处理板材在300-360°C进行轧制,最后得到厚度为2mm高强韧AZ系镁合金板材产品。

[0018] 具体的,步骤(1)的熔铸过程为:配料后,将各原料加热至700-750°C进行熔化,并在700-750°C下进行搅拌10-15min,再静置10-20min,得到浇铸液,将浇铸液浇铸成型,得到铸坯。

[0019] 具体的,步骤(1)熔炼过程持续充入保护气体,所述保护气体为SF<sub>6</sub>和CO<sub>2</sub>的混合气体,其体积比为1:(18-20)。

[0020] 具体的,步骤(1)中所用原料为纯镁锭、纯铝锭、纯锌锭、Mg-Sr中间合金、Mg-Mn中间合金、Mg-Sc中间合金、Mg-Ce中间合金和Mg-La中间合金。

[0021] 具体的,步骤(3)中挤压比为(10-20):1。

[0022] 具体的,步骤(4)中冷轧沿挤压方向单道次轧制,冷轧压下量为0-10%。

[0023] 具体的,步骤(4)中时效处理的温度为170-200°C,保温时间为0-12h,冷却方式为空冷或水冷。

[0024] 具体的,步骤(5)中轧制时单道次压下量为10%-30%,总压下量为60%-80%。

[0025] 上述方法通过熔炼、浇铸得到铸锭,再将铸锭进行均匀化热处理、挤压、轧制,最终得到高强韧AZ系镁合金板材。

[0026] 与现有技术相比,本发明具有如下的有益效果:

[0027] 1、本发明制备的AZ系镁合金,在Mg-Al-Zn合金中添加了Sr可以显著细化合金晶粒尺寸,细化效果随Sr含量提高而增强,但是Sr过量会形成片状Al<sub>4</sub>Sr相,造成塑性的降低,因此本发明Sr的质量百分比控制在0.1%-0.4%;少量的Mn元素可以去除铁及其他重金属元

素,提高合金的耐蚀性;添加Sc元素,形成热稳定的 $Al_3Sc$ 相,可位错钉扎,提高强度,并且Sc可促进 $Mg_{17}Al_{12}$ 的晶间析出,改善合金的塑性,使合金具有一定室温变形能力;添加La、Ce混合稀土,减少Sc元素添加量,能够改善合金性能,有效降低成本。

[0028] 2、本发明在轧制之前进行预处理,即冷轧预变形和时效处理,提高合金在热轧后的强度和塑性。冷轧预变形可增大合金位错密度,提高AZ系镁合金的时效析出响应,减少时效保温时间,缩短工艺流程;热轧前进行时效处理,可析出大量 $Mg_{17}Al_{12}$ 相,作为异质形核点促进热轧过程中的动态再结晶过程,显著细化晶粒,提高合金的综合力学性能。

[0029] 3、本发明开发了一种低稀土含量强度能够达到400MPa级的镁合金,较现有镁稀土合金,有效降低生产成本和加工难度,采用“冷轧+预时效+热轧”的形变热处理工艺,显著改善了常规AZ系镁合金“热轧+时效”工艺延伸率不足的问题。

[0030] 本发明涉及的AZ系镁合金板材工艺流程简单,成本较低,综合力学性能较高,具有较好应用前景。

### 附图说明

[0031] 图1为本发明实施例1制备的AZ系镁合金均匀化后的金相组织图;

[0032] 图2为本发明实施例1制备的AZ系镁合金轧制板EBSD图;

[0033] 图3为本发明实施例1-3和对比例1-2的室温应力-应变曲线图。

### 具体实施方式

[0034] 为了使本发明的技术目的、技术方案和有益效果更加清楚,下面结合具体实施例对本发明的技术方案作出进一步的说明,但所述实施例旨在解释本发明,而不能理解为对本发明的限制,实施例中未注明具体技术或条件者,按照本领域内的文献所描述的技术或条件或者按照产品说明书进行。下述实施例中所用原料均为普通市售产品。

[0035] 实施例1

[0036] 一种高强韧AZ系镁合金板材,所述镁合金板材采用镁合金铸锭制备得到,所述镁合金铸锭由以下质量百分比的组分组成:Al:7.5%,Zn:0.5%,Sr:0.15%,Mn:0.2%,Sc:0.4%,La+Ce:0.6%,余量为Mg;其中,La和Ce的质量比为3:7。

[0037] 所述高强韧AZ系镁合金板材的制备方法,包括熔铸、均匀化、挤压、热轧等工序,其中,Mg元素、Al元素和Zn元素分别以纯镁、纯铝、纯锌的形式加入,所用Sr、Mn、Sc、Ce、La分别以Mg-Sr中间合金、Mg-Mn中间合金、Mg-Sc中间合金、Mg-Ce中间合金和Mg-La中间合金的形式加入,具体步骤如下:

[0038] (1) 铸锭的制备:按照上述镁合金中各组分的质量百分比进行配料,然后加热至700℃熔化,完全熔化后,在700℃下进行搅拌10min,再于此温度下静置10min,得到浇铸液,将浇铸液浇铸成型,得到铸坯;熔炼过程持续充入保护气体,所使用的保护气体为 $SF_6$ 和 $CO_2$ 的混合气体,其体积比为1:19;

[0039] (2) 均匀化热处理:将步骤(1)得到的铸坯车去表皮,并加热至410℃,保温15h,得到铸棒;

[0040] (3) 挤压:将步骤(2)热处理得到的铸棒进行挤压,挤压温度370℃,挤压比为16:1,得到挤压板材;

[0041] (4) 预处理:将步骤(3)得到的挤压板材进行冷轧预变形,随后在180℃下保温10h进行时效处理,然后取出,空冷至室温,得到预处理板材;

[0042] (5) 热轧:将步骤(4)得到的预处理板材进行热轧,轧制温度350℃,单道次压下量20%,总压下量80%,最后得到厚度为2mm高强韧AZ系镁合金板材产品。

[0043] 本实施例所获得的高强韧AZ系镁合金板材的力学性能如下:抗拉强度 $R_m = 407\text{MPa}$ ,屈服强度 $R_{p0.2} = 362\text{MPa}$ ,延伸率 $A = 13.6\%$ 。

[0044] 图1为实施例1步骤(2)均匀化后的合金组织图,可以看到经过均匀化后,非平衡相 $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 已完全溶解,枝晶偏析得到消除。

[0045] 图2为实施例1步骤(5)轧制后的EBSD图,可以看到,通过“冷轧+预时效+热轧”的形变热处理后,材料的再结晶体积分数较高,晶粒尺寸得到显著细化,平均晶粒尺寸为 $1.24\mu\text{m}$ 。

[0046] 实施例2

[0047] 一种高强韧AZ系镁合金板材,所述镁合金板材采用镁合金铸锭制备得到,所述镁合金铸锭由以下质量百分比的组分组成:Al:8%,Zn:0.6%,Sr:0.2%,Mn:2.5%,Sc:0.5%,La+Ce:0.5%,余量为Mg;其中,La和Ce的质量比为3:7。

[0048] 所述高强韧AZ系镁合金板材的制备方法,包括熔铸、均匀化、挤压、热轧等工序,其中,Mg元素、Al元素和Zn元素分别以纯镁、纯铝、纯锌的形式加入,所用Sr、Mn、Sc、Ce、La分别以Mg-Sr中间合金、Mg-Mn中间合金、Mg-Sc中间合金、Mg-Ce中间合金和Mg-La中间合金的形式加入,具体步骤如下:

[0049] (1) 铸锭的制备:按照上述镁合金中各组分的质量百分比进行配料,然后加热至720℃熔化,完全熔化后,在720℃下进行搅拌15min,再于此温度下静置15min,得到浇铸液,将浇铸液浇铸成型,得到铸坯;熔炼过程持续充入保护气体,所使用的保护气体为 $\text{SF}_6$ 和 $\text{CO}_2$ 的混合气体,其体积比为1:19;

[0050] (2) 均匀化热处理:将步骤(1)得到的铸坯车去表皮,并加热至415℃,保温12h,得到铸棒;

[0051] (3) 挤压:将步骤(2)热处理得到的铸棒进行挤压,挤压温度370℃,挤压比为13:1,得到挤压板材;

[0052] (4) 预处理:将步骤(3)得到的挤压板材进行冷轧预变形,随后在190℃下保温8h进行时效处理,然后取出,空冷至室温,得到预处理板材;

[0053] (5) 热轧:将步骤(4)得到的预处理板材进行热轧,轧制温度330℃,单道次压下量15%,总压下量75%,最后得到厚度为2mm高强韧AZ系镁合金板材产品。

[0054] 本实施例所获得的高强韧AZ系镁合金板材的力学性能如下:抗拉强度 $R_m = 406\text{MPa}$ ,屈服强度 $R_{p0.2} = 367\text{MPa}$ ,延伸率 $A = 12.5\%$ 。

[0055] 实施例3

[0056] 一种高强韧AZ系镁合金板材,所述镁合金板材采用镁合金铸锭制备得到,所述镁合金铸锭由以下质量百分比的组分组成:Al:8.5%,Zn:0.4%,Sr:0.1%,Mn:0.2%,Sc:0.3%,La+Ce:0.7%,余量为Mg;其中,La和Ce的质量比为3:7。

[0057] 所述高强韧AZ系镁合金板材的制备方法,包括熔铸、均匀化、挤压、热轧等工序,其中,Mg元素、Al元素和Zn元素分别以纯镁、纯铝、纯锌的形式加入,所用Sr、Mn、Sc、Ce、La分别

以Mg-Sr中间合金、Mg-Mn中间合金、Mg-Sc中间合金、Mg-Ce中间合金和Mg-La中间合金的形式加入,具体步骤如下:

[0058] (1) 铸锭的制备:按照上述镁合金中各组分的质量百分比进行配料,然后加热至750℃熔化,完全熔化后,在750℃下进行搅拌20min,再于此温度下静置20min,得到浇铸液,将浇铸液浇铸成型,得到铸坯;熔炼过程持续充入保护气体,所使用的保护气体为SF<sub>6</sub>和CO<sub>2</sub>的混合气体,其体积比为1:19;

[0059] (2) 均匀化热处理:将步骤(1)得到的铸坯车去表皮,并加热至400℃,保温18h,得到铸棒;

[0060] (3) 挤压:将步骤(2)热处理得到的铸棒进行挤压,挤压温度380℃,挤压比为17:1,得到挤压板材;

[0061] (4) 预处理:将步骤(3)得到的挤压板材进行冷轧预变形,随后在175℃下保温12h进行时效处理,然后取出,空冷至室温,得到预处理板材;

[0062] (5) 热轧:将步骤(4)得到的预处理板材进行热轧,轧制温度320℃,单道次压下量15%,总压下量75%,最后得到厚度为2mm高强韧AZ系镁合金板材产品。

[0063] 本实施例所获得的高强韧AZ系镁合金板材的力学性能如下:抗拉强度R<sub>m</sub>=401MPa,屈服强度R<sub>p0.2</sub>=358MPa,延伸率A=18.2%。

[0064] 对比例1

[0065] 对比例1与实施例1的不同之处在于合金组成不同,对比例1的合金由以下质量百分比的组分组成:Al:7.5%,Zn:0.5%,Mn:0.2%,余量为Mg。

[0066] 对比例1所述镁合金板材的制备方法与实施例1相同。

[0067] 对比例1所获得的镁合金板材的力学性能如下:抗拉强度R<sub>m</sub>=366MPa,屈服强度R<sub>p0.2</sub>=285MPa,延伸率A=10%。

[0068] 对比例2

[0069] 对比例2所述镁合金采用的组分配比与实施例2相同,不同之处在于制备方法不同。

[0070] 对比例2所述镁合金的制备方法,具体步骤如下:

[0071] (1) 合金铸锭的制备:将合金原料(取纯镁、纯铝、纯锌、Mg-Sr中间合金、Mg-Mn中间合金、Mg-Sc中间合金、Mg-Ce中间合金和Mg-La中间合金)按照合金中各组分的质量百分比进行配料,然后加热至720℃熔化,完全熔化后,在720℃下进行搅拌15min,再于此温度下静置15min,得到浇铸液,将浇铸液浇铸成型,得到铸坯;熔炼过程持续充入保护气体,所使用的保护气体为SF<sub>6</sub>和CO<sub>2</sub>的混合气体,其体积比为1:19;

[0072] (2) 均匀化处理:将步骤(1)得到的铸坯车去表皮,并加热至415℃,保温12h,得到铸棒;

[0073] (3) 挤压:将步骤(2)热处理得到的铸棒进行挤压,挤压温度370℃,挤压比为13:1,得到挤压板材;

[0074] (4) 热轧:将步骤(3)得到的板材进行热轧,轧制温度330℃,单道次压下量15%,总压下量75%,得到热轧板;

[0075] (5) 时效:将步骤(4)得到的热轧板进行人工时效处理,时效温度190℃,保温时间8h,然后取出,空冷至室温,得到镁合金板材产品。

[0076] 对比例2所获得的镁合金板材的力学性能如下:抗拉强度 $R_m=385\text{MPa}$ ,屈服强度 $R_{p0.2}=328\text{MPa}$ ,延伸率 $A=6.5\%$ 。

[0077] 图3所示为实施例1、2、3和对比例1、2的应力应变曲线图。通过比较实施例1和对比例1,可以看出微合金化显著提高材料的力学性能,材料的抗拉强度可提高11.2%,延伸率可提高36%。通过比较实施例2和对比例2,可以看出相较于热轧后时效处理,在热轧前进行预处理,材料的延伸率从6.5%提升至12.5%,延伸率得到显著改善。

[0078] 根据国标GB/T 228.1-2010《金属材料拉伸试验第1部分:室温试验方法》中的测试方法,采用SUN10电子万能试验机对实施例1-3以及对比例1、2中得到的合金力学性能进行测试,测试结果取3组平行样并计算平均值。实施例和对比例得到的镁合金板材性能如表1所示。

[0079] 表1实施例和对比例的性能总结表

	抗拉强度/MPa	屈服强度/MPa	延伸率/%
[0080] 实施例 1	407	362	13.6
实施例 2	406	367	12.5
实施例 3	401	358	18.2
[0081] 对比例 1	366	285	10.0
对比例 2	385	328	6.5

[0082] 综上,可以看出采用实施例1-3所述镁合金板材不仅具有高强度,同时具备高延展性,综合力学性能优异。

[0083] 以上对本发明的具体实施案例进行了描述,需要理解的是,本发明并不局限于上述特定实施方式。本领域技术人员可以在权利要求的范围内做出各种变形或修改,这并不影响本发明的实质内容。



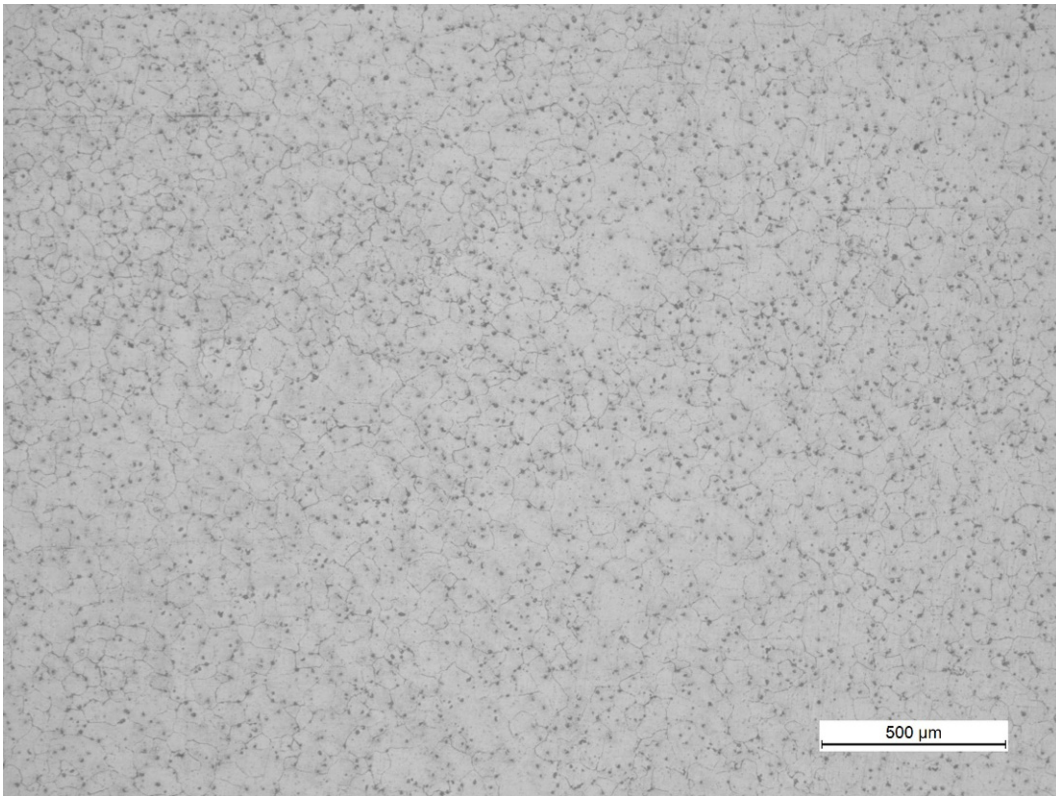


图1

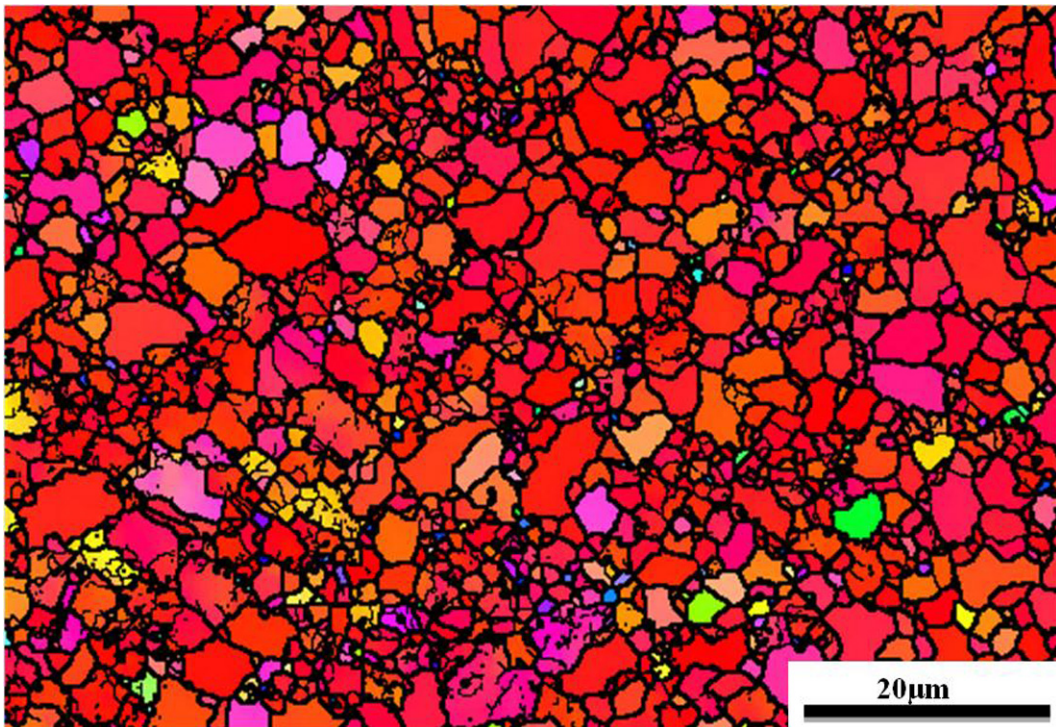


图2

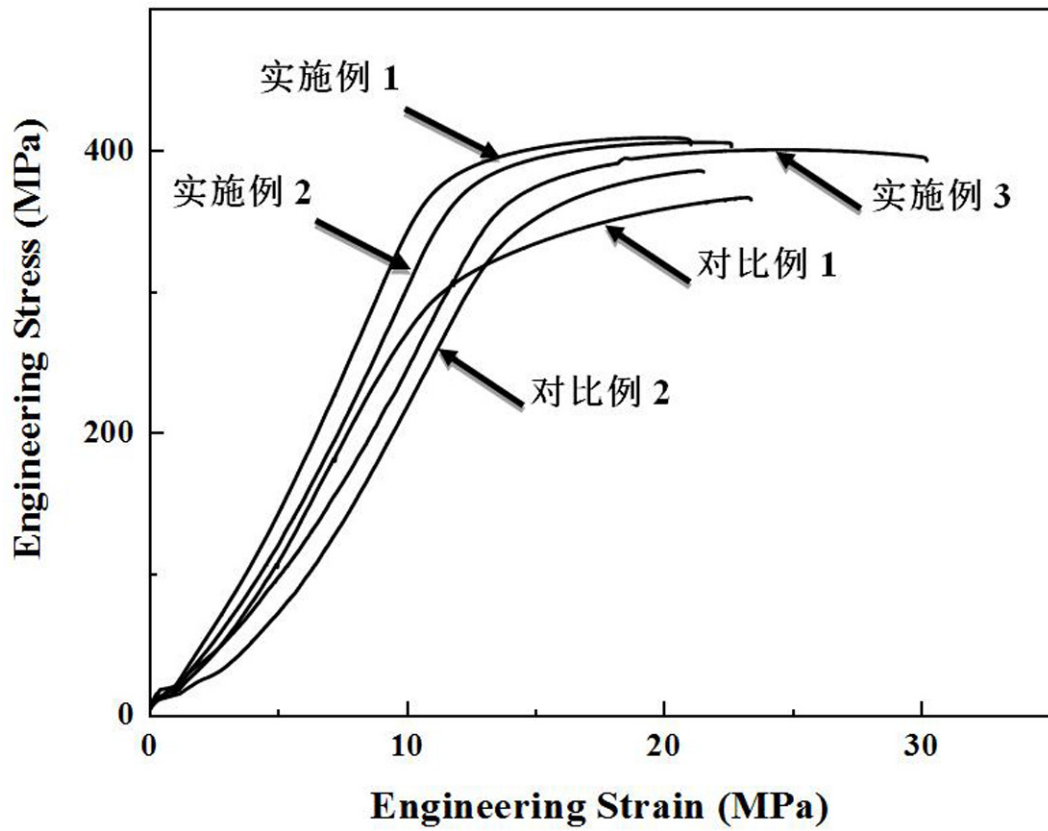


图3