



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 109680194 B

(45)授权公告日 2020.01.14

(21)申请号 201910140422.1

G22F 1/06(2006.01)

(22)申请日 2019.02.22

B21C 23/04(2006.01)

(65)同一申请的已公布的文献号

审查员 蔡灿

申请公布号 CN 109680194 A

(43)申请公布日 2019.04.26

(73)专利权人 山东省科学院新材料研究所

地址 250014 山东省济南市历下区科院路
19号

(72)发明人 刘运腾 刘聪 周吉学 林涛

马百常 王美芳 唐守秋

(74)专利代理机构 济南圣达知识产权代理有限

公司 37221

代理人 郑平

(51)Int.Cl.

G22C 23/04(2006.01)

权利要求书1页 说明书6页

(54)发明名称

一种Mg-Zn-Sn-Mn合金的高强度挤压型材制备方法

(57)摘要

本发明公开了一种Mg-Zn-Sn-Mn合金的高强度挤压型材制备方法,该制备方法由坯料双级固溶处理、坯料高温预时效、低温快速挤压和型材低温时效等工艺组成。本发明Mg-Zn-Sn-Mn合金为由以下质量百分比的元素组成:Zn5.8~6.2%、Sn3.0~3.5%、Mn0.25~0.45%、不可避免杂质 \leq 0.05%,其余为镁。采用本发明的方法制备的Mg-Zn-Sn-Mn镁合金型材,其晶粒尺寸细小——约10~20 μ m、第二相弥散,因而具有良好的强度和延伸率。本发明制备的Mg-Zn-Sn-Mn合金挤压型材的抗拉强度 \geq 350MPa,屈服强度 \geq 280MPa,延伸率 \geq 12%。此外,该型材的挤压生产效率和成品率高,挤压成本低,因此,本发明的型材制备方法具有良好的应用和推广前景,可在电动客车、轨道交通等低成本民用领域中应用。

1. 一种Mg-Zn-Sn-Mn合金的高强度挤压型材制备方法,其特征在于,包括:坯料双级固溶处理、坯料高温预时效、低温快速挤压和型材低温时效处理;

其中,所述双级固溶处理包括:低温固溶、高温固溶和冷却;

所述低温固溶温度为330~350℃,低温固溶保温时间为2~4h;高温固溶温度为400~420℃,高温固溶保温时间为8~10h;升温速率为0.8~2℃/min;

所述的坯料高温预时效处理的条件为:时效温度为320~340℃,时效保温时间为1~3h;升温速率为0.8~2℃/min;

低温快速挤压过程中,坯料预热温度比高温预时效温度低10~20℃,为300~330℃,保温时间为0.5~1h,升温速率为0.8~2℃/min;模具温度和挤压筒温度相等,为320~340℃;挤压比为10~40,挤压速度为1~5mm/min;

所述型材低温时效处理的条件为:时效温度为150~160℃,保温时间为16~64h,升温速率为0.8~2℃/min;

所述低温快速挤压过程中,采用分流组合模具将镁合金挤压成型材;

所述Mg-Zn-Sn-Mn合金由以下质量百分比的元素组成:Zn5.8~6.2%、Sn3.0~3.5%、Mn0.25~0.45%、不可避免杂质≤0.05%,其余为镁。

2. 如权利要求1所述的方法,其特征在于,所述Mg-Zn-Sn-Mn合金由以下质量百分比的元素组成:Zn6.0%、Sn3.5%、Mn0.30%、不可避免杂质≤0.05%,其余为镁。

3. 权利要求1-2任一项所述的方法制备的Mg-Zn-Sn-Mn合金。

4. 权利要求3所述的Mg-Zn-Sn-Mn合金在电动客车、轨道交通或生物医用材料中的应用。

一种Mg-Zn-Sn-Mn合金的高强度挤压型材制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于金属材料技术领域,具体涉及一种Mg-Zn-Sn-Mn合金的高强度挤压型材热处理及挤压方法。

背景技术

[0002] 镁合金具有低密度、高比强度和比刚度、良好的阻尼性能和易机加工性等特点,这使得其在交通运输、电子工业、军工等领域具有广阔的应用前景。而电动客车、轨道交通等民用领域也成为变形镁合金未来重点发展的方向之一。

[0003] 然而,目前制约镁合金发展的一个问题是,商用AZ系镁合金的力学性能无法满足交通领域较高的要求,而ZK系镁合金和含稀土的镁合金因成本太高阻碍了其在民用领域的大规模应用。

[0004] 发明专利《一种具有高强度和高屈强比的镁合金及其制备方法》(专利号:CN201110186910.X)提出了一种低成本高强度、且可低温挤压的Mg-Zn-Sn-Mn合金,应用前景良好。然而,采用常规热处理工艺、通过分流组合模具挤压得到的型材力学性能较差,尚无法满足工业应用要求。

[0005] 论文《预时效对AZ80镁合金形变热处理组织及性能的影响》针对AZ80镁合金采用了固溶处理+预时效+形变+时效处理的工艺路线,重点研究了预时效及随后的形变对其组织和性能的影响。试验研究结果表明,固溶处理使绝大部分 $Mg_{17}Al_{12}$ 相溶入了 α -Mg基体。形变处理后,晶粒被拉长,第二相或杂质沿变形方向分布,出现明显的纤维组织,晶粒内部出现了大量交错的形变孪晶。变形程度越大,加工硬化效果越显著,到30%时,硬度增长缓慢。形变前预时效增加了再结晶的形核,在形变后的时效处理过程中,发生了再结晶,形变产生的纤维组织消失,生成了等轴晶粒,形变程度越大,再结晶后的等轴晶粒越细小。再结晶软化和时效析出强化共同作用,使得AZ80镁合金的硬度比时效前略有升高。综上所述,形变热处理能有效地改善AZ80镁合金的组织和提高其力学性能。

[0006] 因此,开发新型的热处理挤压工艺,提高低成本高强度Mg-Zn-Sn-Mn合金型材的力学性能,进一步拓展镁合金的应用范围,具有重要的意义。

发明内容

[0007] 本发明针对现有Mg-Zn-Sn-Mn合金挤压型材晶粒尺寸粗大,进而导致材料的力学性能较差的问题,提供一种热处理挤压方法。采用该方法制备的Mg-Zn-Sn-Mn镁合金型材,晶粒尺寸细小、第二相弥散,因而可以获得高强度和良好的延伸率。

[0008] 为实现上述技术目的,本发明采用的技术方案如下:

[0009] 一种Mg-Zn-Sn-Mn合金的高强度挤压型材制备方法,包括:坯料双级固溶处理、坯料高温预时效、低温快速挤压和型材低温时效处理;

[0010] 其中,所述双级固溶处理的固溶温度分别为 $330\sim 350^{\circ}\text{C}$ 、 $400\sim 420^{\circ}\text{C}$;所述高温预时效的温度为 $320\sim 340^{\circ}\text{C}$;所述低温快速挤压处理的模具温度和挤压筒温度皆为 $320\sim 340$

℃。

[0011] 本申请的双级固溶处理工艺,不仅使Zn和Sn元素完全固溶到Mg基体中,还可以在水淬后保留单一均匀的含Zn和Sn的过饱和 α 镁固溶体;再结合高温预时效处理使制备的挤压坯料中不含低熔点相,能够在后续处理中,利用低温快速挤压工艺加工,使镁合金的强度和延伸率都得到提高。

[0012] 在一些实施例中,所述双级固溶处理包括:低温固溶、高温固溶和冷却。

[0013] 为了保证双极固溶处理后的Mg-Zn-Sn-Mn合金具有较优的强度和延伸率,在一些实施例中,本申请对双极固溶处理的条件进行了优化,结果表明:低温固溶温度为330~350℃,低温固溶保温时间为2~4h;高温固溶温度为400~420℃,高温固溶保温时间为8~10h;升温速率为0.8~2℃/min时,试样中析出相分布均匀、尺寸更为细小,且呈弥散分布的态势,有效提高了试样的综合力学性能。

[0014] 本申请研究发现:经双极固溶处理后Mg-Zn-Sn-Mn合金再进行高温预时效处理,可以使 α 镁固溶体中的部分Sn元素析出,形成较高熔点的Mg₂Sn相,同时避免熔点较低的MgZn相过早析出。为了保证获得上述效果,本申请在在一些实施例中,优选的坯料高温预时效处理的条件为:时效温度为320~340℃,时效保温时间为1~3h;升温速率为0.8~2℃/min。通过上述处理,一方面,可以在挤压过程的高熔点相(Mg₂Sn)周围,通过粒子促进形核机制,发生更多动态再结晶形核,并且通过高温相抑制再结晶晶粒过度长大;另一方面,可以避免挤压过程中出现低熔点相(MgZn)熔化而导致产品出现裂纹等缺陷。

[0015] 在一些实施例中,低温快速挤压过程中,采用分流组合模具将镁合金挤压成型材。

[0016] 在一些实施例中,低温快速挤压过程中,坯料预热温度比高温预时效温度低10~20℃,为300~330℃,保温时间为0.5~1h,升温速率为0.8~2℃/min;模具温度和挤压筒温度相等,为320~340℃;挤压比为10~40,挤压速度为1~5mm/min。

[0017] 在一些实施例中,所述低温时效的条件为:时效温度为150~160℃,保温时间为16~64h,升温速率为0.8~2℃/min。

[0018] 在一些实施例中,所述Mg-Zn-Sn-Mn合金由以下质量百分比的元素组成:Zn5.8~6.2%、Sn3.0~3.5%、Mn0.25~0.45%、不可避免杂质 \leq 0.05%,其余为镁。

[0019] 本发明还提供了任一上述的方法制备的Mg-Zn-Sn-Mn合金。

[0020] 本发明还提供了上述的Mg-Zn-Sn-Mn合金在电动客车、轨道交通或生物医用材料中的应用。

[0021] 本发明的有益效果在于:

[0022] (1) 双级固溶处理工艺,可以使Zn和Sn元素完全固溶到Mg基体中,同时,避免了高温单一温度、长时间固溶容易导致的镁合金挤压坯料的晶粒尺寸粗化以及其中MgZn相熔化导致的铸锭开裂等问题;此外,固溶结束后的水淬,可以保留单一均匀的含Zn和Sn的过饱和 α 镁固溶体,为后续工艺的实施奠定基础。

[0023] (2) 经双极固溶处理后Mg-Zn-Sn-Mn合金再进行高温预时效处理,可以使 α 镁固溶体中的部分Sn元素析出,形成较高熔点的Mg₂Sn相,同时避免熔点较低的MgZn相过早析出。这一方面,可以在挤压过程的高熔点相(Mg₂Sn)周围,通过粒子促进形核机制,发生更多动态再结晶形核,并且通过高温相抑制再结晶晶粒过度长大;另一方面,可以避免挤压过程中出现低熔点相(MgZn)熔化而导致产品出现裂纹等缺陷。

[0024] (3) 由于前述热处理方法制备的挤压坯料中不含低熔点相,因而我们可以采用低温快速挤压工艺加工。这产生两个有益效果:1) 大幅提高型材的生产效率;2) 低温挤压得到的型材组织中晶粒细小,根据Hall-Petch关系,型材的强度和延伸率都得到提高。

[0025] (4) 采用低温时效工艺,把 α 镁固溶体中的Zn和残余Sn元素析出,在晶粒内部和晶界上形成均匀、细小、弥散的MgZn相,进一步提高型材的强度。

[0026] (5) 本发明选用的Mg-Zn-Sn-Mn合金含有适量的Zn和Sn元素,可以保证上述工艺能够最大程度地发挥二者的固溶和时效强化作用。

[0027] 综上所述,采用本发明的方法制备的Mg-Zn-Sn-Mn镁合金型材,其晶粒尺寸细小——约10~20 μm 、第二相弥散,因而具有良好的强度和延伸率;此外,该型材的挤压生产效率和成品率高,挤压成本低,具有良好的应用和推广前景。

具体实施方式

[0028] 应该指出,以下详细说明都是例示性的,旨在对本申请提供进一步的说明。除非另有指明,本申请使用的所有技术和科学术语具有与本申请所属技术领域的普通技术人员通常理解相同含义。

[0029] 需要注意的是,这里所使用的术语仅是为了描述具体实施方式,而非意图限制根据本申请的示例性实施方式。如在这里所使用的,除非上下文另外明确指出,否则单数形式也意图包括复数形式,此外,还应当理解的是,当在本说明书中使用术语“包含”和/或“包括”时,其指明存在特征、步骤、操作、器件、组件和/或它们的组合。

[0030] 正如背景技术所介绍的,针对目前ZK系镁合金和含稀土的镁合金因成本太高的问题。因此,本发明提出一种高强度、低成本的Mg-Zn-Sn-Mn合金挤压型材制备方法,所述的制备方法由坯料双级固溶处理、坯料高温预时效、低温快速挤压和型材低温时效等工艺组成。

[0031] 本发明所述的坯料双级固溶处理过程中,低温固溶温度为330~350 $^{\circ}\text{C}$,低温固溶保温时间为2~4h;高温固溶温度为400~420 $^{\circ}\text{C}$,高温固溶保温时间为8~10h;升温速率为0.8~2 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$;固溶处理结束后,冷却方式为水淬。

[0032] 本发明所述的坯料高温预时效过程中,时效温度为320~340 $^{\circ}\text{C}$,时效保温时间为1~3h;升温速率为0.8~2 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$;冷却方式为水淬。

[0033] 本发明所述的低温快速挤压过程中,采用分流组合模具将镁合金挤压成型材。坯料预热温度比高温预时效温度低10~20 $^{\circ}\text{C}$,为300~330 $^{\circ}\text{C}$,保温时间为0.5~1h,升温速率为0.8~2 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$;模具温度和挤压筒温度相等,为320~340 $^{\circ}\text{C}$;挤压比为10~40,挤压速度为1~5mm/min。冷却方式为风冷。

[0034] 本发明所述的型材低温时效过程中,时效温度为150~160 $^{\circ}\text{C}$,保温时间为16~64h,升温速率为0.8~2 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$

[0035] 优选的,坯料的双级固溶处理和高温预时效工艺可连续进行,以减少中间的降温和从室温开始的升温环节。温度可以从高温固溶温度直接降低到坯料的高温预时效温度,采用油浴或者盐浴处理。

[0036] 优选的,坯料高温预时效和低温快速挤压工艺可连续进行,以减少中间的降温和从室温开始的升温环节。温度可从高温预时效温度直接降低到坯料预热温度,采用炉冷降温。

[0037] 本发明所述的Mg-Zn-Sn-Mn镁合金铸锭成分和重量百分比为:Zn5.8~6.2%、Sn3.0~3.5%、Mn0.25~0.45%、不可避免杂质 \leq 0.05%,其余为镁。

[0038] 优选的,本发明所述的Mg-Zn-Sn-Mn镁合金铸锭成分和重量百分比为:Zn6.0%、Sn3.5%、Mn0.30%、不可避免杂质 \leq 0.05%,其余为镁

[0039] 本发明制备的Mg-Zn-Sn-Mn合金挤压型材的抗拉强度 \geq 350MPa,屈服强度 \geq 280MPa,延伸率 \geq 12%。

[0040] 具体实施例说明如下:

[0041] 本发明实施例及对比比例的合金力学性能和平均晶粒尺寸见表1。力学性能测试方法依据GB T 228.1-2010执行;平均晶粒尺寸测量方法依据GB T 6394-2002执行。

[0042] 实施例1

[0043] Mg-6.00wt%Zn-3.50wt%Sn-0.30wt%Mn合金的高强度挤压型材的制备方法包括:坯料双级固溶处理、坯料高温预时效、低温快速挤压和型材低温时效等工艺。

[0044] 坯料双级固溶处理工艺为:340℃保温4h;420℃保温10h;升温速率为1℃/min;固溶处理后水淬。

[0045] 坯料高温预时效工艺为:320℃保温2h;升温速率为0.8℃/min;预时效结束后水淬。

[0046] 低温快速挤压工艺为:坯料预热温度300℃,保温1h,升温速率为2℃/min;模具温度和挤压筒温度相等,为320℃;挤压比为40,挤压速度为1mm/min。挤压型材冷却方式为风冷。

[0047] 型材低温时效工艺为:150℃保温64h;升温速率为1℃/min。

[0048] 实施例2

[0049] Mg-6.20wt%Zn-3.00wt%Sn-0.45wt%Mn合金的高强度挤压型材的制备方法包括:坯料双级固溶处理、坯料高温预时效、低温快速挤压和型材低温时效等工艺。

[0050] 坯料双级固溶处理工艺为:350℃保温2h;400℃保温8h;升温速率为0.8℃/min;固溶处理后水淬。

[0051] 坯料高温预时效工艺为:340℃保温1h;升温速率为2℃/min;预时效结束后转为330℃保温。

[0052] 低温快速挤压工艺为:坯料预热温度330℃,保温1h;模具温度和挤压筒温度相等,为340℃;挤压比为30,挤压速度为5mm/min。挤压型材冷却方式为风冷。

[0053] 型材低温时效工艺为:160℃保温16h;升温速率为0.8℃/min。

[0054] 实施例3

[0055] Mg-5.80wt%Zn-3.30wt%Sn-0.25wt%Mn合金的高强度挤压型材的制备方法包括:坯料双级固溶处理、油浴法高温预时效、低温快速挤压和型材低温时效等工艺。

[0056] 坯料双级固溶处理工艺为:330℃保温4h;420℃保温10h;升温速率为2℃/min;油浴。

[0057] 油浴高温预时效工艺为:320℃保温2h,预时效结束后水淬。

[0058] 低温快速挤压工艺为:坯料预热温度310℃,保温0.5h,升温速率为1℃/min;模具温度和挤压筒温度相等,为320℃;挤压比为10,挤压速度为5mm/min。挤压型材冷却方式为风冷。

[0059] 型材低温时效工艺为:160℃保温32h;升温速率为1.5℃/min。

[0060] 对比例1

[0061] 与实施例1的区别在于,合金成分为:Mg-5.50wt%Zn-2.00wt%Sn-0.30wt%Mn。

[0062] 对比例2

[0063] 与实施例1的区别在于,制备方法中固溶处理工艺仅为420℃保温10h。

[0064] 对比例3

[0065] 与实施例1的区别在于,制备方法中不包含高温预时效工艺。

[0066] 对比例4

[0067] 与实施例1的区别在于,制备方法中的挤压工艺为:坯料预热温度400℃,保温0.5h,升温速率为1℃/min;模具温度和挤压筒温度相等,为400℃;挤压比为10,挤压速度为1mm/min。挤压型材冷却方式为风冷。

[0068] 对比例5

[0069] 与实施例1的区别在于,制备方法中不包含型材低温时效工艺。

[0070] 表1镁合金型材室温力学性能与平均晶粒尺寸

	抗拉强度 (MPa)	屈服强度 (MPa)	延伸率	平均晶粒尺寸 (μm)
实施例 1	358	284	13%	~15
实施例 2	366	295	14%	~18
实施例 3	360	287	12%	~20
[0071] 对比例 1	320	260	12%	~20
对比例 2	345	259	9%	~32
对比例 3	337	240	8%	~34
对比例 4	313	249	6%	~55
对比例 5	286	226	14%	~15

[0072] 比较实施例与对比例可以看出:本发明制备的Mg-Zn-Sn-Mn合金挤压型材的平均晶粒尺寸明显优于对比例,且本发明实施例的型材力学性能也明显优于对比例。

[0073] 因此,本发明制备的低成本高强度Mg-Zn-Sn-Mn合金型材力学性能,可以满足电动客车、轨道交通等民用领域型材力学性能的要求,可以进一步拓展镁合金的应用范围。

[0074] 最后应该说明的是,以上所述仅为本发明的优选实施例而已,并不用于限制本发明,尽管参照前述实施例对本发明进行了详细的说明,对于本领域的技术人员来说,其依然可以对前述实施例所记载的技术方案进行修改,或者对其中部分进行等同替换。凡在本发明的精神和原则之内,所作的任何修改、等同替换、改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。上述虽然对本发明的具体实施方式进行了描述,但并非对本发明保护范围的限制,所

属领域技术人员应该明白,在本发明的技术方案的基础上,本领域技术人员不需要付出创造性劳动即可做出的各种修改或变形仍在本发明的保护范围以内。