



## (12)发明专利

(10)授权公告号 CN 109930047 B

(45)授权公告日 2020.06.16

(21)申请号 201910322376.7

B22D 27/04(2006.01)

(22)申请日 2019.04.22

C22C 1/03(2006.01)

(65)同一申请的已公布的文献号

审查员 陈帅

申请公布号 CN 109930047 A

(43)申请公布日 2019.06.25

(73)专利权人 东北大学秦皇岛分校

地址 066004 河北省秦皇岛市经济技术开  
发区泰山路143号

(72)发明人 孙衡 林小娉 文锦标 董允

唐琴 朱培亮 刘畅

(74)专利代理机构 大连理工大学专利中心

21200

代理人 梅洪玉 陈玲玉

(51)Int.Cl.

C22C 23/06(2006.01)

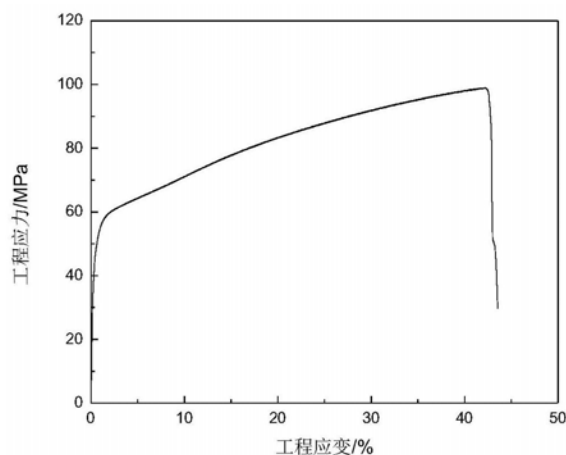
权利要求书1页 说明书4页 附图5页

### (54)发明名称

一种高强塑积定向凝固的镁稀土合金及其  
制备方法

### (57)摘要

本发明提供了一种高强塑积定向凝固的镁稀土合金及其制备方法,属于合金材料技术领域。该方法利用定向凝固技术,在较高温度梯度 $500\text{K}/\text{cm}\sim 700\text{K}/\text{cm}$ 和凝固速率 $10.0\mu\text{m}/\text{s}\sim 100.0\mu\text{m}/\text{s}$ 下对 $\text{Mg}-4.00\sim 4.50\text{Gd}-0.40\sim 0.45\text{Y}-0.01\text{Er},\text{wt.}\%$ 合金进行定向凝固,制备了晶体生长取向为 $\langle 2313 \rangle$ 、具有胞状亚结构一次臂间距约为 $45\mu\text{m}$ 的柱状晶组织。本发明制备的定向凝固镁稀土合金的室温抗拉强度能达到 $93\text{MPa}$ ,断后延伸率达到 $48.26\%$ ,强塑积高达 $4488\text{MPa}\cdot\%$ 。



1. 一种高强塑积定向凝固的镁稀土合金的制备方法,其特征在于,具体过程如下:

(1) 准备原料:纯度99.99%的纯镁、Mg-30Gd、Mg-30Y和Mg-10Er中间合金;其中,各原料按质量百分比计:Gd为4.00~4.50%,Y为0.40~0.45%,Er为0.01%,余量为镁;

(2) 将原料分割成小块,将分块的原料置于中频感应加热炉石墨坩埚中,抽真空,充保护气,开启熔炼系统与保温系统,进行熔炼得到合金液;

(3) 将所得合金液浇入配有水冷系统及下拉系统的石墨套中,石墨套完全置于保温系统中,浇完即开启下拉系统的伺服电机,合金液即从石墨套底端连接水冷系统的铜制激冷台处开始凝固,伺服电机带动石墨套以恒定速度拉出保温系统;通过调整热挡板厚度、冷却液液面至激冷台位置、冷却介质来调整固/液界面前沿的温度梯度为500K/cm~700K/cm,使合金液至下而上定向凝固,通过控制伺服电机下拉速度来控制凝固速度为10 $\mu$ m/s~100 $\mu$ m/s,使具有特定取向的晶粒择优生长,最终得到具有柱状晶组织的镁稀土合金,所述的晶体生长取向为<-23-13>、具有胞状亚结构一次臂间距为45 $\mu$ m的柱状晶组织。

2. 根据权利要求1所述的一种高强塑积定向凝固的镁稀土合金的制备方法,其特征在于,所述步骤(2)中,真空度为0.02Pa,保护气为Ar。

3. 根据权利要求1或2所述的一种高强塑积定向凝固的镁稀土合金的制备方法,其特征在于,所述步骤(3)中,激冷台温度恒定2℃。

4. 采用权利要求1-3任一所述方法制备得到的高强塑积定向凝固的镁稀土合金。

## 一种高强塑积定向凝固的镁稀土合金及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于合金材料技术领域,具体涉及一种高强塑积定向凝固的镁稀土合金及其制备方法。

### 背景技术

[0002] 镁合金具有一系列的优点:优良的导电性、导热性和高的比强度、比刚度、减震性,低密度等,在军工、便携电子设备、生物制药设备和航空航天部件等领域具有极大的应用潜力;在减少能耗、减轻产品重量、易回收减少污染浪费等方面也产生显著作用。但是在现实生产过程中,由于绝大部分镁合金的晶体结构都是密排六方结构,其独立滑移系较少,故而其塑性变形能力较差,室温延展性较低,使得镁合金在实际生产中的应用局限性比较大,尤其是其应用的广泛性和高端适用性受到很大的限制。

[0003] 一种常用且有效提高镁合金塑性的方法是合金化,稀土元素(RE)是镁合金中的常用合金元素。稀土元素(RE)主要是指元素周期表中IIIB族的钇(Y)和镧系元素(La~Lu),一般可以依据密度分为轻稀土元素(La~Eu)和重稀土元素(Y,Gd~Lu)。镁合金中的稀土元素(RE)既可固溶,也能形成种类、分布、形态不同的高熔点金属间化合物,细化合金晶粒,提高合金的铸造性能,提升室温力学性能,还能减小氧化和烧蚀,提高抗腐蚀性和燃点。使用较多的是Y和Gd等重稀土元素、Nd等轻稀土元素,且通常是几种稀土元素混合添加。

[0004] 合金化元素(如稀土元素)能明显改变镁合金的综合性能,但也会受制于其资源量和价格。而改进铸造工艺的限制相对较小,故在生产中广泛使用。定向凝固是指在材料部分熔化的状态下,通过控制固-液界面移动,以实现晶体的特定取向生长,最终得到柱状晶组织的技术手段。定向凝固技术可以获取的具有特定生长取向的纵向晶界定向排列、无横向晶界或者少横向晶界的柱状晶组织,与等轴晶合金的力学性能相比均得到大幅度提高。

### 发明内容

[0005] 本发明旨在提出一种高强塑积定向凝固的镁稀土合金及其制备方法,提高镁合金的性能。

[0006] 本发明的技术方案:

[0007] 一种高强塑积定向凝固的镁稀土合金,该镁稀土合金主要以纯镁、Mg-30Gd、Mg-30Y、Mg-10Er中间合金为原料,按Gd为4.00~4.50%、Y为0.40~0.45%、Er为0.01%、余量为镁的质量百分比,采用定向凝固技术制备获得。

[0008] 一种高强塑积定向凝固的镁稀土合金的制备方法,具体过程如下:

[0009] (1) 准备原料:纯度99.99%的纯镁、Mg-30Gd(wt.%)、Mg-30Y(wt.%)和Mg-10Er(wt.%)中间合金;其中,各原料按质量百分比计:Gd为4.00~4.50%,Y为0.40~0.45%,Er为0.01%,余量为镁;

[0010] (2) 将原料分割成小块,将分块的原料置于中频感应加热炉石墨坩埚中,抽真空,充保护气,开启熔炼系统与保温系统,进行熔炼得到合金液;

[0011] (3)将所得合金液浇入配有水冷系统及下拉系统的石墨套中,石墨套完全置于保温系统中,浇完即开启下拉系统的伺服电机,合金液即从石墨套底端连接水冷系统的铜制激冷台处开始凝固,伺服电机带动石墨套以恒定速度拉出保温系统,通过调整热挡板厚度、冷却液液面至激冷台位置、冷却介质来调整固/液界面前沿的温度梯度,使合金液至下而上定向凝固,通过控制伺服电机下拉速度来控制凝固速度,使具有特定取向的晶粒择优生长,最终得到具有柱状晶组织的镁稀土合金。

[0012] 所述步骤(2)中,真空度为0.02Pa,保护气为Ar。

[0013] 所述步骤(3)中,激冷台温度恒定2℃。

[0014] 所述步骤(3)中,固/液界面前沿的温度梯度为500K/cm~700K/cm;凝固速度为10μm/s~100μm/s。

[0015] 所述步骤(3)中,晶体生长取向为<23<sub>13</sub>>、具有胞状亚结构一次臂间距为45μm的柱状晶组织。

[0016] 性能测试方法:利用线切割沿定向凝固试样的纵截面切取拉伸试样。采用WDW3100型万能试验机对定向凝固合金试样进行单轴拉伸性能实验,应变速率为0.0001s<sup>-1</sup>,并由万能试验机附带的数据记录仪自动采集拉伸过程中应力、应变等数据。利用DMI5000M型光学金相显微镜及ZEISS SUPRA 55型扫描电子显微镜观察了定向凝固合金显微组织,利用Nordlys Nano高速EBSD系统采集EBSD数据,对实验合金进行取向分析。

[0017] 本发明的有益效果:本发明提供了一种高强塑积定向凝固镁稀土合金制备方法及产品。利用定向凝固技术有效地调控凝固组织中的晶粒形貌与生长取向、改善晶界应变协调性并提高镁稀土合金强塑积,也使得材料的塑性得到较大程度提高。

## 附图说明

[0018] 图1为定向凝固Mg-4.00Gd-0.40Y-0.01Er合金纵向微观组织OM;其中(a) 50倍,(b) 100倍。

[0019] 图2为定向凝固Mg-4.00Gd-0.40Y-0.01Er合金纵向微观组织SEM;其中(a) 50倍,(b) 100倍。

[0020] 图3为定向凝固Mg-4.00Gd-0.40Y-0.01Er合金柱状晶EBSD成像和生长取向反极图。其中(a)、(b)合金柱状晶EBSD成像图,(c)生长取向反极图。

[0021] 图4为拉伸试样示意图。其中,(a)为尺寸图,(b)为实体图。

[0022] 图5为对比例1合金应力-应变曲线。

[0023] 图6为实施例1合金应力-应变曲线。

[0024] 图7为实施例2合金应力-应变曲线。

[0025] 图8为实施例3合金应力-应变曲线。

[0026] 图9为实施例4合金应力-应变曲线。

## 具体实施方式

[0027] 下面将结合具体实施例对本发明的技术方案进行进一步的说明。

[0028] 实验条件:熔炼系统与保温系统电源功率与时间对应关系如表1所示:

[0029] 表1

[0030]	时间t/s	保温功率P/Kw	熔炼功率P/Kw
	0	1.0	1.0
	54.2	2.5	1.0
	215	5.0	1.5
	247	7.5	1.5
	350	7.5	2.0
	560	7.5	3.0
	590	7.5	4.0
	608	5.0	4.0
	700	3.0	2.0
	720	1.0	0

[0031] 对比例1

[0032] 一种镁稀土合金,其制备方法如下:配料按质量百分比计:Gd4.50%,Y0.45%,余量为镁。将分割成小块的99.9wt.%纯镁锭、Mg-30Gd及Mg-30Y置于中频感应加热炉石墨坩埚中,抽真空至0.02Pa,充Ar保护气,开启熔炼与保温系统电源,熔炼得到合金液。合金液浇入配有水冷系统及下拉系统的石墨套中,石墨套完全置于保温系统中。通过调整热挡板厚度和冷却液液面至激冷台位置及冷却介质等来调整固/液界面前沿的温度梯度至500K/cm,凝固速度50 $\mu$ m/s。具有特定取向的晶粒择优生长,最终得到具有柱状晶组织的镁合金铸锭。所得合金通过WDW3100电子万能试验机拉伸实验测定,屈服强度35MPa,抗拉强度75MPa,室温延伸率22.23%,强塑积1667MPa·%。

[0033] 实施例1

[0034] 一种高强塑积定向凝固的镁稀土合金,其制备方法如下:配料按质量百分比计:Gd4.50%,Y0.45%,Er0.01%余量为镁。将分割成小块的99.9wt.%纯镁锭、Mg-30Gd、Mg-30Y及Mg-10Er置于中频感应加热炉石墨坩埚中,抽真空至0.02Pa,充Ar保护气,开启熔炼与保温系统电源,熔炼得到合金液。合金液浇入配有水冷系统及下拉系统的石墨套中,石墨套完全置于保温系统中。通过调整热挡板厚度和冷却液液面至激冷台位置及冷却介质等来调整固/液界面前沿的温度梯度至500K/cm,凝固速度50 $\mu$ m/s,具有特定取向的晶粒择优生长,最终得到具有柱状晶组织的镁合金铸锭。所得合金铸锭通过WDW3100电子万能试验机拉伸实验测定,屈服强度32MPa,抗拉强度83MPa,室温延伸率49.68%,强塑积为4123MPa·%。

[0035] 实施例2

[0036] 一种高强塑积定向凝固的镁稀土合金,其制备方法如下:配料按质量百分比计:Gd4.00%,Y0.40%,Er0.01%,余量为镁。将分割成小块的99.9wt.%纯镁锭、Mg-30Gd、Mg-30Y及Mg-10Er置于中频感应加热炉石墨坩埚中,抽真空至0.02Pa,充Ar保护气,开启熔炼与保温系统电源,熔炼得到合金液。合金液浇入配有水冷系统及下拉系统的石墨套中,石墨套完全置于保温系统中。通过调整热挡板厚度和冷却液液面至激冷台位置及冷却介质等来调整固/液界面前沿的温度梯度至700K/cm,凝固速度10 $\mu$ m/s,具有特定取向的晶粒择优生长,最终得到具有柱状晶组织的镁合金铸锭。所得合金铸锭通过WDW3100电子万能试验机拉伸实验测定,屈服强度49MPa,抗拉强度93MPa,室温延伸率48.26%,强塑积为4488MPa·%

[0037] 实施例3

[0038] 一种高强塑积定向凝固的镁稀土合金,其制备方法如下:配料按质量百分比计:Gd4.20%,Y0.41%,Er0.01%余量为镁。将分割成小块的99.9wt.%纯镁锭、Mg-30Gd、Mg-30Y及Mg-10Er置于中频感应加热炉石墨坩埚中,抽真空至0.02Pa,充Ar保护气,开启熔炼与保温系统电源,熔炼得到合金液。合金液浇入配有水冷系统及下拉系统的石墨套中,石墨套完全置于保温系统中。通过调整热挡板厚度和冷却液液面至激冷台位置及冷却介质等来调整固/液界面前沿的温度梯度至700K/cm,凝固速度50 $\mu$ m/s,具有特定取向的晶粒择优生长,最终得到具有柱状晶组织的镁合金铸锭。所得合金铸锭通过WDW3100电子万能试验机拉伸实验测定,屈服强度45MPa,抗拉强度99MPa,室温延伸率42.14%,强塑积为4172MPa $\cdot$ %。

[0039] 实施例4

[0040] 一种高强塑积定向凝固的镁稀土合金,其制备方法如下:配料按质量百分比计:Gd4.30%,Y 0.42%,Er 0.01%余量为镁。将分割成小块的99.9wt.%纯镁锭、Mg-30Gd、Mg-30Y及Mg-10Er置于中频感应加热炉石墨坩埚中,抽真空至0.02Pa,充Ar保护气,开启熔炼与保温系统电源,熔炼得到合金液。合金液浇入配有水冷系统及下拉系统的石墨套中,石墨套完全置于保温系统中。通过调整热挡板厚度和冷却液液面至激冷台位置及冷却介质等来调整固/液界面前沿的温度梯度至700K/cm,凝固速度100 $\mu$ m/s具有特定取向的晶粒择优生长,最终得到具有柱状晶组织的镁合金铸锭。所得合金铸锭通过WDW3100电子万能试验机拉伸实验测定,屈服强度41MPa,抗拉强度95MPa,室温延伸率40.75%,强塑积为3871MPa $\cdot$ %。

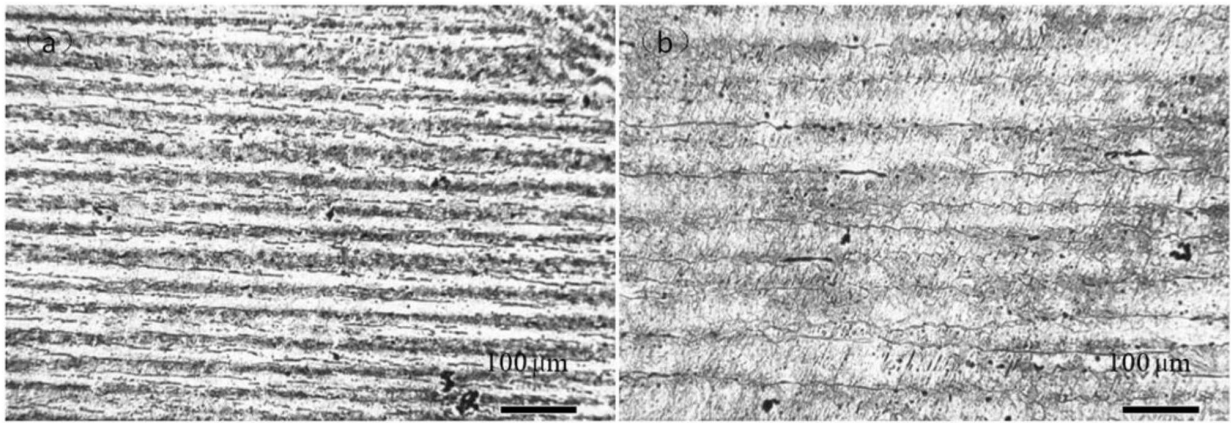


图1

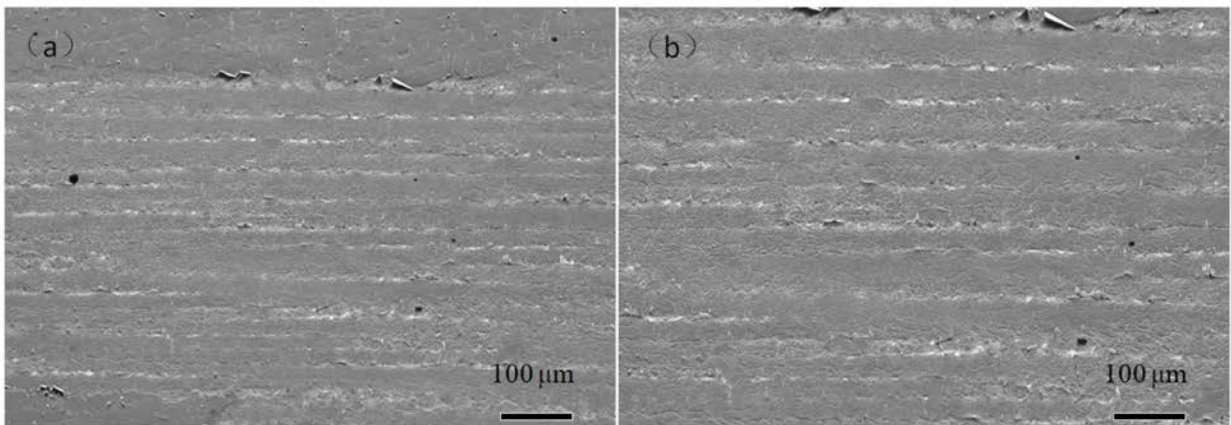
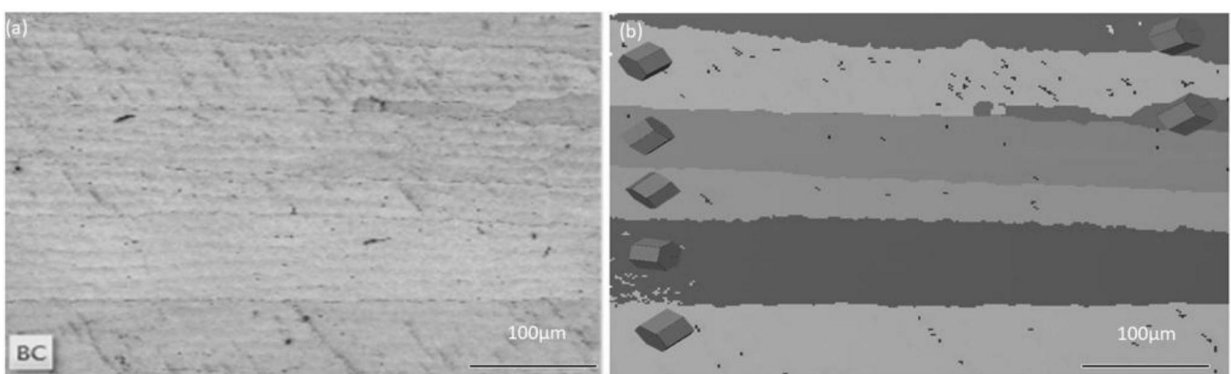


图2



(a)

(b)

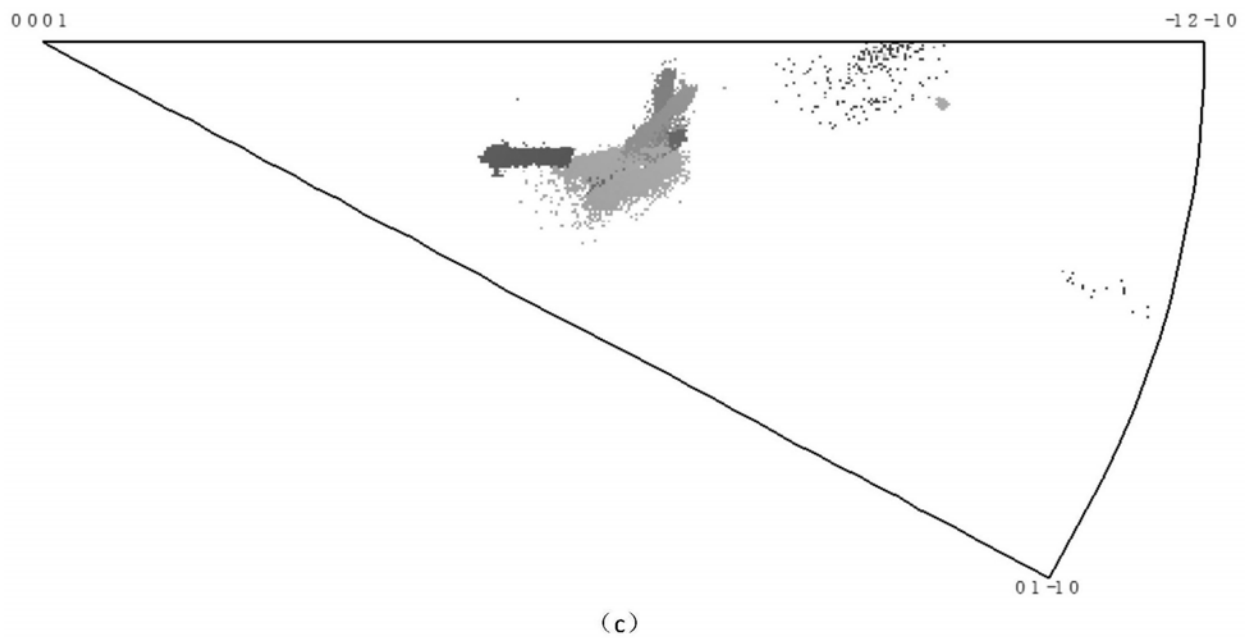


图3

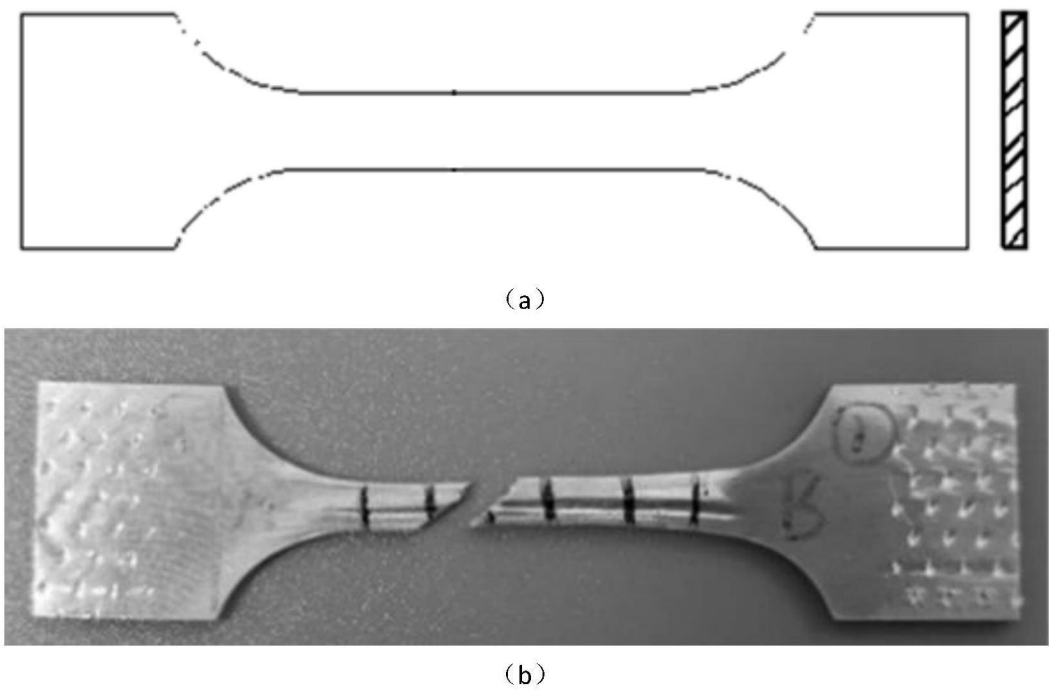


图4



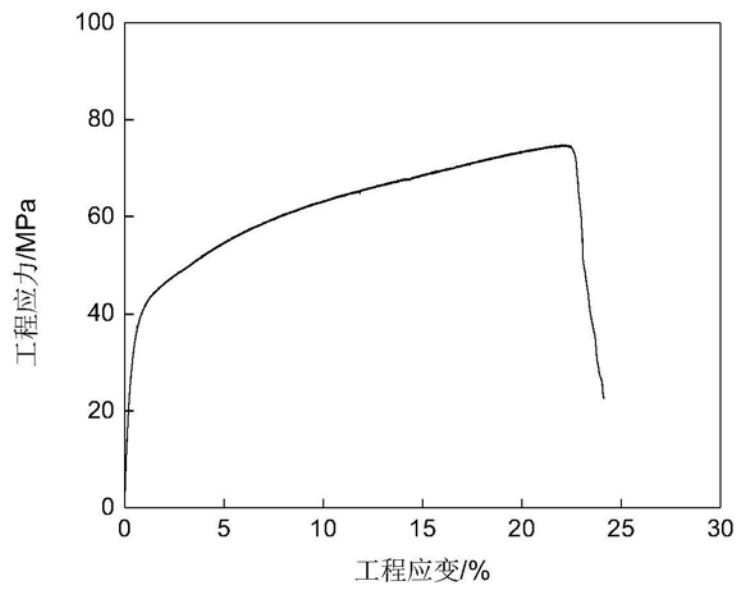


图5

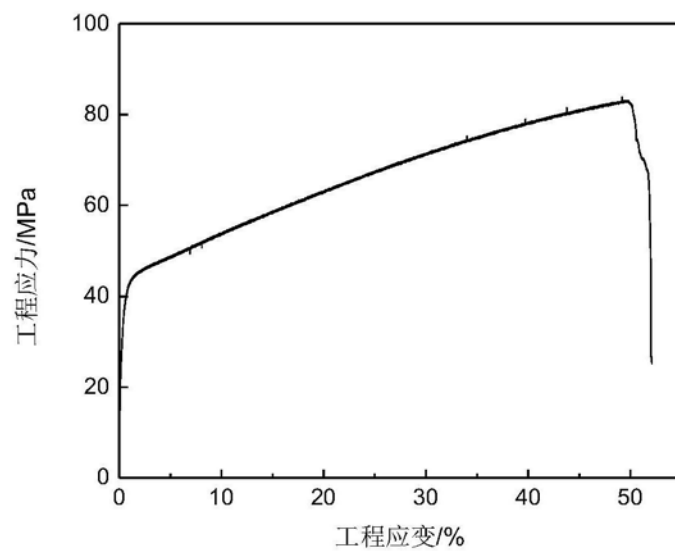


图6

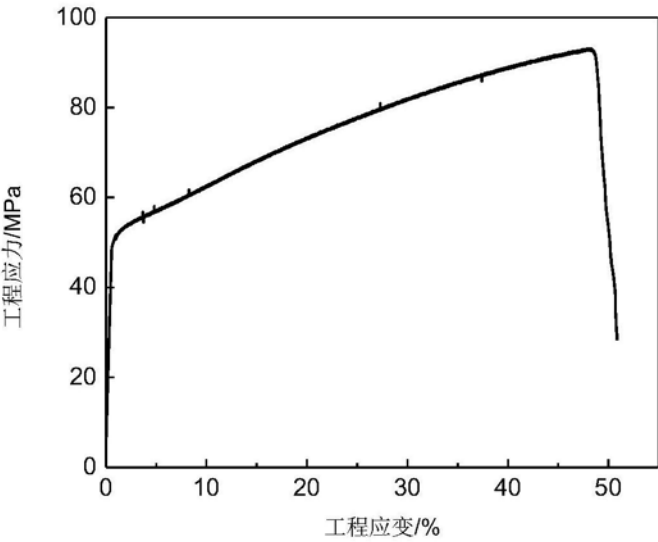


图7

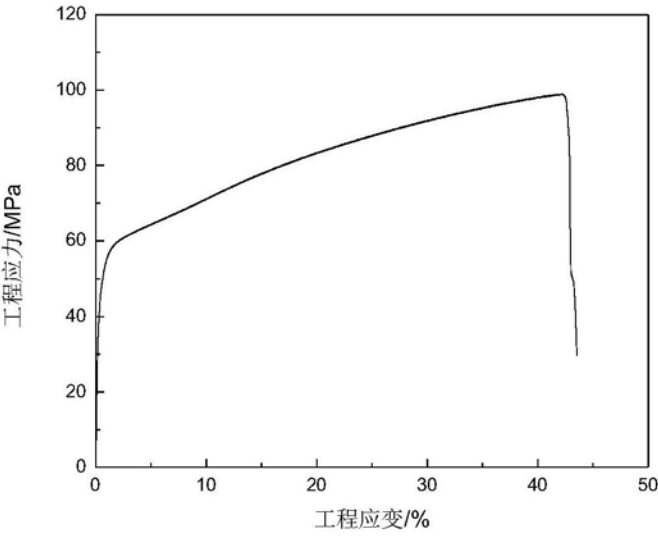


图8

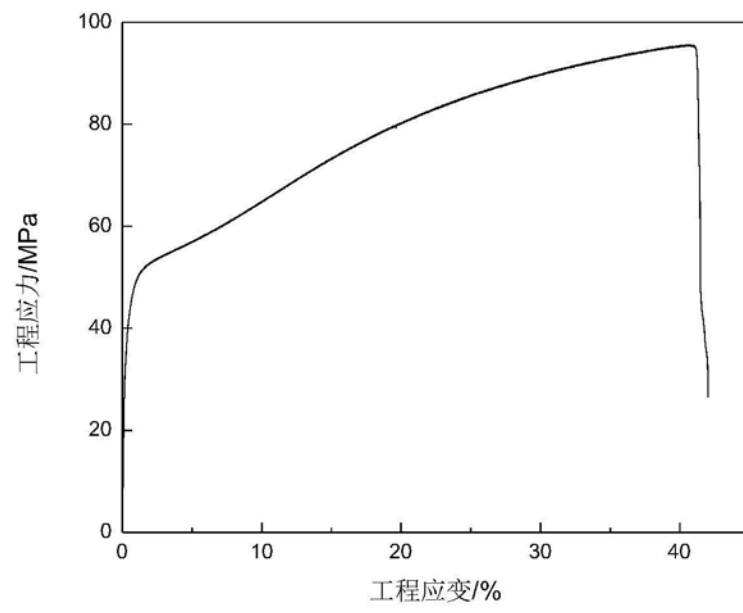


图9