

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.  
G22C 23/02 (2006.01)  
G22C 1/03 (2006.01)



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200810050979.8

[43] 公开日 2009年5月27日

[11] 公开号 CN 101440450A

[22] 申请日 2008.7.18

[21] 申请号 200810050979.8

[71] 申请人 中国科学院长春应用化学研究所

地址 130022 吉林省长春市人民大街5625号

[72] 发明人 孟健 张景怀 唐定骧 张德平  
房大庆 王鸿燕 杜海 鲁化一

权利要求书1页 说明书6页

[54] 发明名称

一种含镧 AE 系耐热压铸镁合金的制备方法

[57] 摘要

本发明涉及一类含镧的 AE 系耐热压铸镁合金及制备方法,其组成及其质量百分比为: Al: 3.5%~4.5%, La: 1%~6%, Mn: 0.2%~0.6%, 杂质元素 Fe、Cu 和 Ni 的总量小于 0.03%, 余量为镁。将纯镁、铝、铝锰中间合金和镁—镧中间合金按配比预热到 200℃, 然后将其放入到预热 300℃ 的坩埚中, 并通入 SF<sub>6</sub>: CO<sub>2</sub> 体积比为 1:100 的保护气体, 当熔体温度达到 720℃~740℃ 时加入镁—镧中间合金, 并继续通保护气体搅拌 5~10 分钟, 通氩气精炼 5~10 分钟, 静置 28~32 分钟, 得到含镧的 AE 系耐热压铸镁合金。200℃ 时抗拉强度: 119~136MPa, 屈服强度: 85~107MPa, 延伸率: 18~24%; 在 200℃, 70MPa 下的蠕变速率  $1.17 \times 10^{-9} \text{ s}^{-1}$ 。

1、一种含镧的 AE 系耐热压铸镁合金，其特征在于，组成及其质量百分比为：Al: 3.5%~4.5%，La:1%~6%，Mn: 0.2%~0.6%，杂质元素 Fe、Cu 和 Ni 的总量小于 0.03%，余量为镁。

2、一种如权利要求 1 所述的含镧的 AE 系耐热压铸镁合金的制备方法，组成及其质量百分比为：Al: 3.5%~4.5%，La:1%~6%，Mn: 0.2%~0.6%，杂质元素 Fe、Cu 和 Ni 的总量小于 0.03%，余量为镁；首先按配比称料，将纯镁、铝、铝锰中间合金和镁—镧中间合金预热到 200℃，然后将纯镁、铝、铝锰中间合金放入预热到 300℃的坩锅中，并通入 SF<sub>6</sub>:CO<sub>2</sub> 体积比为 1: 100 的保护气体，当加入的炉料完全熔化后，熔体温度达到 720℃~740℃时加入镁—镧中间合金，并继续通保护气体，搅拌 5~10 分钟，然后通氩气精炼 5~10 分钟，精炼后静置 28-32 分钟，将熔体冷却到 680℃时，得到含镧的 AE 系耐热压铸镁合金。

## 一种含镧 AE 系耐热压铸镁合金的制备方法

### 技术领域

本发明属于一种含镧 AE 系耐热压铸镁合金的制备方法。

### 背景技术

镁合金是在工程应用中密度最低的金属结构材料，同时镁合金还具有高比强、高阻尼、电磁屏蔽以及优异的铸造、切削加工性能和易回收等优点，在汽车、电子、航空、航天、国防等领域具有重要的应用价值和广阔的应用前景。特别是在全球铁、铝、锌等金属资源日益紧缺，环保压力和节能意识增强的大背景下，镁的资源优势、性能优势得到充分发挥，镁合金成为一种迅速崛起的工程材料。AZ 和 AM 两种 Mg-Al 系压铸镁合金以其优良的压铸性能和较高的室温力学性能在汽车工业领域得到应用，例如 AZ91，它是一种标准牌号的镁合金，也是目前工业上用量最多的镁合金，但 AZ 和 AM 系压铸镁合金存在耐热性能差的缺点，长期工作温度不能超过 120℃，因此限制了它作为轻质结构材料的应用范围。近年来研究表明，高温下晶界附近的共晶  $\beta$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> 相容易软化和粗化，并且在长时间的高温条件下，基体中过饱和的 Al 生成不连续的沿晶界分布的 Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> 相，析出相易软化起不到沉淀强化的作用，而固溶 Al 原子的减少使固溶强化降低，从而导致合金晶界滑移和晶内位错运动变得容易，这是 Mg-Al 系压铸合金高温强度和抗蠕变性能差的主要原因。

近年来国内外研究者对耐热镁合金做了大量的研究。Dow Magnesium 通过

向 Mg-Al 系合金中加入富铈稀土 (RE) 研发的 AE42 压铸镁合金, 通过生成相对热稳定的  $Al_{11}RE_3$  相, 并抑制  $Mg_{17}Al_{12}$  相生成, 提高了合金的耐热性能。但随后的相关报道表明, 当温度高于  $150^{\circ}C$  时,  $Al_{11}RE_3$  相部分分解并导致  $Mg_{17}Al_{12}$  相的生成, 使合金晶界附近组织在蠕变过程中不稳定, 最终导致合金抗蠕变性能急剧下降。2005 年挪威 Hydro 镁业公司开发的新型抗高温蠕变压铸镁合金 AE44, 已用于生产汽车零件, 例如汽车的发动机托架, 但因为合金中添加的稀土同样是富铈稀土, 从而合金在高于  $150^{\circ}C$  时蠕变性能下降的根本原因, 即  $Al_{11}RE_3$  相的部分分解, 并没有得到完全解决。因此通过添加普通富铈混合稀土的 AE 系压铸镁合金不能够满足合金在更高温度  $200^{\circ}C$  下使用的要求。

#### 发明内容

本发明的目的是提供一种含镧的 AE 系耐热压铸镁合金;

本发明的另一目的是提供一种含镧的 AE 系耐热压铸镁合金的制备方法。

针对目前压铸镁合金的弱点, 提供含镧的 AE 系耐热压铸镁合金。该合金用纯镧稀土代替传统 AE 系合金中的富铈混合稀土, 通过生成大量的、相比  $Al_{11}RE_3$  (RE 代表富铈混合稀土) 更加稳定的  $Al_{11}La_3$  相, 进一步提高了合金的耐热性能, 长期使用温度可达到  $200^{\circ}C$ ; 另外, 合金采用稀土配分高的镧元素做为合金化成分, 保障该合金成本低, 可持续供应。

本发明制备的含镧的 AE 系耐热压铸镁合金, 其质量百分比配比为: Al: 3.5%~4.5%, La: 1%~6%, Mn: 0.2%~0.6%, 杂质元素 Fe、Cu 和 Ni 的总量小于 0.03%, 余量为镁。

制备步骤如下:

首先按配比称料, 将纯镁、铝、铝锰中间合金和镁-镧中间合金预热到  $200^{\circ}C$ , 然后将纯镁、铝、铝锰中间合金放入预热到  $300^{\circ}C$  的坩锅中, 并通入

SF<sub>6</sub>:CO<sub>2</sub> 体积比为 1: 100 的保护气体,当加入的炉料完全熔化后加入镁—镧中间合金,并继续通保护气体,搅拌 5~10 分钟,然后通氩气精炼 5~10 分钟,精炼后静置 28-32 分钟,将熔体冷却到 680℃时,得到含镧的 AE 系耐热压铸镁合金。室温抗拉强度: 225~251MPa,屈服强度: 132~145MPa,延伸率: 9~13%; 150℃时抗拉强度: 150~170MPa,屈服强度: 116~122MPa,延伸率: 20~24%; 200℃时抗拉强度: 119~136MPa,屈服强度: 85~107MPa,延伸率: 18~24%; 在 200℃, 70 MPa 下的蠕变速率  $1.17 \times 10^{-9} \text{s}^{-1}$

本发明的特点和有益效果:

1) 铝是合金中主要合金元素,适量的铝能够使合金获得均衡的强度、塑性和铸造工艺性能,使本发明适合批量生产。2) 稀土镧是本发明用于提高合金强度和耐热性能的元素,由于镧与合金中的铝结合生成 Al<sub>11</sub>La<sub>3</sub>相,抑制了热稳定性差的 Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>相生成,有利于提高合金的高温性能;其次,生成的 Al<sub>11</sub>La<sub>3</sub>相具有很高的熔点和热稳定性,熔点为 1240℃, Al<sub>11</sub>La<sub>3</sub>和 Al<sub>11</sub>RE<sub>3</sub>相比具有更高的热稳定性,在 200℃的高温蠕变条件下,含镧的 AE 系耐热压铸镁合金的晶界附近组织,即 Al<sub>11</sub>La<sub>3</sub>相和 α-Mg 的共晶组织,保持稳定,没有 Al<sub>11</sub>La<sub>3</sub>相的分解,所以镧比富铈混合稀土更能提高 Mg-Al 基压铸镁合金的耐热性能;再次,此类合金的突出微观结构是形成于晶界附近的细小 Al<sub>11</sub>La<sub>3</sub>颗粒的有序堆叠结构,当合金材料承受较高的应力时,这种结构能够产生较大的变形,减少应力过度集中,因此使此类含镧的 AE 系耐热压铸镁合金同时具有优良的强度和塑性。另外,稀土镧能够除去熔炼时镁合金熔体中的杂质,达到除气精炼、净化熔体的效果;稀土镧是镁合金的表面活性元素,合金熔炼时稀土在合金液表面聚集,形成 MgO、La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 等多元复合致密氧化物层,减轻氧化现象,提高合金的起燃温度,有利于合金的熔铸;合金液凝固过程中,稀土镧在固液前沿富集,提

高成分过冷度，有助于细化合金组织。因此稀土镧有助于提高合金的综合性能。

3) 锰的作用主要是提高合金的耐腐蚀性能，锰可与镁合金中铁或其他重金属元素形成化合物，使其大部分作为熔渣被排除，从而消除/减轻铁或其他重金属元素对镁合金耐蚀性的有害影响。

具体实施方式

### 实施例 1

按质量百分比称取铝：3.5%，镧：1.0%，锰：0.2%，杂质元素 Fe、Cu 和 Ni 的总量小于 0.03%，余量为镁。将纯镁、铝、铝锰中间合金和镁—镧中间合金预热到 200℃，然后将纯镁、铝、铝锰中间合金放入预热到 300℃的坩锅中，并通入 SF<sub>6</sub>:CO<sub>2</sub> 体积比为 1: 100 的保护气体,当加入的炉料完全熔化后，熔体温度达到 720℃时加入镁—镧中间合金，并继续通保护气体，加入镁—镧中间合金熔化后，当温度回升到 720℃时搅拌 5 分钟，然后通氩气精炼 5 分钟，精炼后静置 28 分钟，将熔体冷却到 680℃时，在 280KN 锁模力的冷室压铸机上进行压铸，得到含镧的 AE 系耐热压铸镁合金，合金性能见表 1 和表 2。

### 实施例 2

按质量百分比称取铝：4.0%，镧：2.0%，锰：0.3%，杂质元素 Fe、Cu 和 Ni 的总量小于 0.03%，余量为镁。当熔体温度达到 725℃时加入镁—镧中间合金，温度回升到 725℃时搅拌 8 分钟，然后通氩气精炼 7 分钟，精炼后静置 30 分钟，其余同实施例 1，合金性能见表 1 和表 2。

### 实施例 3

按质量百分比称取铝：4.2%，镧：4.2%，锰：0.4%，杂质元素 Fe、Cu 和 Ni 的总量小于 0.03%，余量为镁。当熔体温度达到 730℃时加入镁—镧中间

合金，温度回升到 730℃时搅拌 10 分钟，然后通氩气精炼 10 分钟，精炼后静置 30 分钟，其余同实施例 1，合金性能见表 1、表 2 和表 3。

#### 实施例 4

按质量百分比称取铝： 4.5%，镧： 6.0%，锰： 0.6%，杂质元素 Fe、Cu 和 Ni 的总量小于 0.03%，余量为镁。当熔体温度达到 740℃时加入镁—镧中间合金，温度回升到 730℃时搅拌 10 分钟，然后通氩气精炼 10 分钟，精炼后静置 32 分钟，其余同实施例 1，合金性能见表 1 和表 2。

表 1 本发明实施例 1、例 2、例 3 和例 4 的室温力学性能

合金号	抗拉强度 (MPa)	屈服强度 (MPa)	延伸率 (%)
实施例 1	225	132	9
实施例 2	246	145	13
实施例 3	264	151	12
实施例 4	251	160	9
AE44	248	140	11
AZ91	222	145	3

表 2 本发明实施例 1、例 2、例 3 和例 4 的高温力学性能

合金号	150℃			200℃		
	抗拉强度 (MPa)	屈服强度 (MPa)	延伸率 (%)	抗拉强度 (MPa)	屈服强度 (MPa)	延伸率 (%)
实施例 1	150	116	24	119	85	24
实施例 2	155	118	25	125	89	24
实施例 3	157	120	27	127	102	20
实施例 4	170	122	20	136	107	18
AE44	140	109	27	115	100	19
AZ91	150	105	13	99	84	15

表 3 本发明实施例 3 合金的高温抗蠕变性能

合金号	200℃, 70 MPa		
	持久寿命 (小时)	百小时延伸率 (%)	最小蠕变速率 ( $\times 10^{-9} \text{s}^{-1}$ )
实施例 3	>100	0.12	1.17
AE44	>100	0.18	3.42