

材料研发

引文格式:杨湘杰,邹伟峰,刘钦标,等. AZ91D-0.1Ti-1.5Sm 镁合金的制备及深冷时间对其组织与性能的影响[J]. 中国有色冶金, 2026, 55(4): 105-113.

Yang Xiangjie, Zou Weifeng, Liu Qinbiao, et al. Influence of cryogenic treatment time on microstructure and properties of AZ91D-0.1Ti-1.5Sm magnesium alloy[J]. China Nonferrous Metallurgy, 2026, 55(4): 105-113.

AZ91D-0.1Ti-1.5Sm 镁合金的制备及深冷时间对其组织与性能的影响

杨湘杰^{1,4}, 邹伟峰², 刘钦标¹, 谢世坤³, 吁安山³

(1.南昌大学 先进制造学院, 江西 南昌 330031; 2.浙江爱旭太阳能科技有限公司, 浙江 义乌 322009;
3.井冈山大学 机电工程学院, 江西 吉安 343009; 4.南昌交通学院 智能制造学院, 江西 南昌 330100)

[摘 要] 稀土掺杂和深冷处理均是提升材料性能的先进方法。本研究采用合金化方法,在AZ91D镁合金基体中引入Ti和Sm两种元素,成功制备出AZ91D-0.1Ti-1.5Sm新型镁合金材料,并将其在-196℃液氮环境中分别深冷处理6 h、12 h、18 h和24 h,综合运用光学显微镜、扫描电镜(SEM)、能谱分析(EDS)、X射线衍射(XRD)、力学性能测试及电化学腐蚀测试等多种表征方法,系统探究深冷处理时间对合金微观组织、力学性能和耐腐蚀性能的影响规律与机理。结果表明,深冷处理使合金中 α -Mg基体晶粒发生细化, β -Mg₁₇Al₁₂相和Al₂Sm稀土相数量显著增加且呈弥散分布状态;然而,随处理时间延长至24 h, β -Mg₁₇Al₁₂相逐渐由弥散颗粒状转变为连续网状形貌,Al₂Sm相亦发生团聚长大。力学性能方面,深冷处理12 h时综合性能达到最优,显微硬度由未处理的69.54 HV提升至72.38 HV,抗拉强度由189 MPa提升至196 MPa,延伸率由4.90%提升至5.13%;但24 h后力学性能出现显著衰退,显微硬度降至67.12 HV,抗拉强度降至176 MPa,延伸率降至4.36%。腐蚀性能方面,12 h深冷处理样品的耐腐蚀性能最佳,腐蚀电流密度由未处理的15.8 $\mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$ 降至10.2 $\mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$,腐蚀电位由-0.79 V正移至-0.69 V;24 h后耐蚀性能劣化,腐蚀电流密度增至43.6 $\mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$ 。合理控制深冷处理时间(以12 h为最优工艺窗口)可有效改善该镁合金的力学性能和耐腐蚀性能。

[关键词] 镁合金; Ti和Sm掺杂; 深冷处理; 显微组织; 力学性能; 腐蚀性能

[中图分类号] TF125.2; TG146.22 [文献标志码] A [文章编号] 1672-6103(2026)04-0105-09

DOI: 10.19612/j.cnki.cn11-5066/tf.2026.04.011

0 引言

当今社会,轻量化和高性能成为新一代结构材料的追求目标,镁合金作为轻质结构材料,具有密度小、比强度高、可回收利用等优点,成为研究热点,广泛应用于汽车制造、电子通信、航空航天等领域^[1]。但是镁合金由于塑性和腐蚀性能等原因,其应用受到限制。为解决这些限制,国内外学者通过合金化、塑性变形和热处理等方法研制了阻燃、抗

[收稿日期] 2026-02-15 [修订日期] 2026-03-28

[录用日期] 2026-03-30 [出版日期] 2026-08-01

[第一作者] 杨湘杰(1960—),男,博士,教授,主要从事轻合金半固态成型及控制研究。

[通信作者] 谢世坤(1973—),男,博士,教授,主要从事轻合金材料合成工艺和智能制造研究。

[基金项目] 国家自然科学基金项目(51674144);江西省教育厅科学技术研究项目(GJJ2201606)。

震、超轻、耐热、耐腐蚀等新型的镁合金材料。稀土和合金化元素加入 AZ91D 镁合金中,可以形成第二相、细化合金的组织、改善其性能等^[2-4]。根据 Rokhlin 等^[5]的研究报道,当镁合金中加入两种不同亚类稀土金属元素,合金的强度能够大幅度提高,而且相比于单一稀土的添加,复合稀土添加更具有经济适用性。在前期研究中,本研究团队探索了 Sm 和 Y 两种稀土元素对 AZ91D 镁合金的影响,发现添加两种稀土元素后,合金的硬度、抗拉强度及伸长率相比单独添加均有明显提升^[6]。

深冷处理也可称为超低温处理,是常规冷处理的延伸,通常指以液氮等低温液态物质作为制冷剂,在-130℃以下对材料进行处理,并获得优良材料性能的一种方法^[7]。采用合适的深冷处理工艺可在未改变材料化学成分的条件下,改善金属材料的力学性能、耐磨性能和耐腐蚀性能等^[8],延长工件的寿命。近年来,学者们逐渐将深冷处理技术应用于有色金属领域,其中关于铝合金和铜合金的研究较为广泛^[9],而镁合金的深冷处理研究相对较少,相关技术仍处于探索阶段。研究表明,深冷处理能显著改善镁合金的性能:Bo Che 团队^[10]观察到 AZ31 镁合金轧制板材经深冷处理后产生多种孪晶形态(收缩孪晶、延伸孪晶、双孪晶等),同时晶粒取向发生改变,力学性能得到提升;Singh 等^[11]发现深冷处理能显著增强 AZ91 镁合金的耐腐蚀性,这主要归因于弥散颗粒的强化作用;Liu 等^[12]报道 Mg-1.5Zn-0.15Gd 合金经深冷处理后孪晶分布更加均匀;Dong 等^[13]的研究则表明深冷处理可细化挤压态 Mg-2Nd-4Zn 合金的晶粒并促进第二相析出。鉴于当前镁合金深冷处理研究的不足,本研究选取 AZ91D-0.1Ti-1.5Sm 新型多元强化镁合金为对象,通过 XRD 物相分析、力学性能测试及腐蚀性能评估等实验手段,系统考察不同深冷处理时间对材料性能的影响。

1 实验介绍

实验所用的 AZ91D-0.1Ti-1.5Sm 镁合金是在 AZ91D 镁合金(化学成分见表 1)的基础上,通过高真空熔炼炉添加 Al-Ti 中间合金和 Mg-30%Sm 中间合金熔炼制备而成。

采用高真空熔炼炉进行熔炼,选择 Al-Ti 中间合金(含 Ti 量稳定)和 Mg-30%Sm 中间合金(Sm 含量可控)作为添加载体,按目标成分计算并加入到熔融

表 1 AZ91D 镁合金的化学成分(质量分数)

Table 1 Chemical composition of AZ91D magnesium

	alloy(mass fraction)					%
成分	Al	Zn	Mn	Ca	Si	Mg
含量	10.01	0.79	0.30	/	0.064	Bal.

的 AZ91D 基体中。熔炼过程中保持真空度不低于 10^{-3} Pa,熔体温度控制在 720~750℃区间,经充分搅拌 15~20 min 确保成分均匀后,静置 5 min 以消除气泡,随后将熔体浇铸至预热至 200℃的金属型模具中,获得铸态 AZ91D-0.1Ti-1.5Sm 合金坯料。

为消除铸态组织中的成分偏析与内应力,提升后续深冷处理的响应效果,对铸坯进行均匀化退火预处理:采用 KSL-1200X 型箱式电阻炉,在 200℃下保温 2 h,随后随炉冷却至室温,最终得到用于深冷处理实验的基础材料。

深冷处理以液氮作为冷却介质,温度设定为-196℃,并使用具有双层隔热结构的液氮容器进行操作。试样完全浸入液氮中分别保持 6 h、12 h、18 h 和 24 h 四个不同时长,随后在空气中自然回升至常温,见表 2。

试样金相组织分别使用 Axio Scope A1 光学显微镜、Quanta 200FEG 场发射环境扫描电镜(SEM)、能谱仪(EDS)和 X 射线衍射(XRD)进行分析和表征。

表 2 AZ91D-0.1Ti-1.5Sm 镁合金深冷处理工艺

Table 2 Cryogenic treatment process of AZ91D-0.1Ti-1.5Sm magnesium alloy

实验编号	退火	深冷处理
B3	—	—
C1	200℃×2 h	-196℃×6 h
C2	200℃×2 h	-196℃×12 h
C3	200℃×2 h	-196℃×18 h
C4	200℃×2 h	-196℃×24 h

2 结果与分析

2.1 深冷处理时间对镁合金微观结构的影响

本研究选用 AZ91D 镁合金作为基体材料,并引入 Ti 元素和稀土 Sm 元素进行合金化改性。改性后合金的显微组织主要由 α -Mg 基体相、 β -Mg₁₇Al₁₂ 金属间化合物以及 Al₂Sm 稀土相构成。图 1 展示了经

过深冷处理的AZ91D-0.1Ti-1.5Sm合金的光学金相组织。深冷处理促使第二相显著增多,且枝晶结构比未处理试样更为细小。当深冷时间达到12 h (DCT12 h)时,基体晶粒的均匀性明显改善,大尺寸晶粒数量减少,取而代之的是大量细小晶粒,同时在晶界和晶粒内部均匀分布众多第二相粒子。随

着处理时间延长,黑色第二相(β - $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相)数量持续增加,枝晶尺寸呈现增大趋势。在18 h处理条件下,黑色第二相的含量达到峰值8.1%(图2)。超过18 h后,该相的体积分数开始下降,析出速度减缓。这种现象可能是由于基体中的溶质原子浓度随着第二相的持续析出而降低,最终导致析出过程停止。

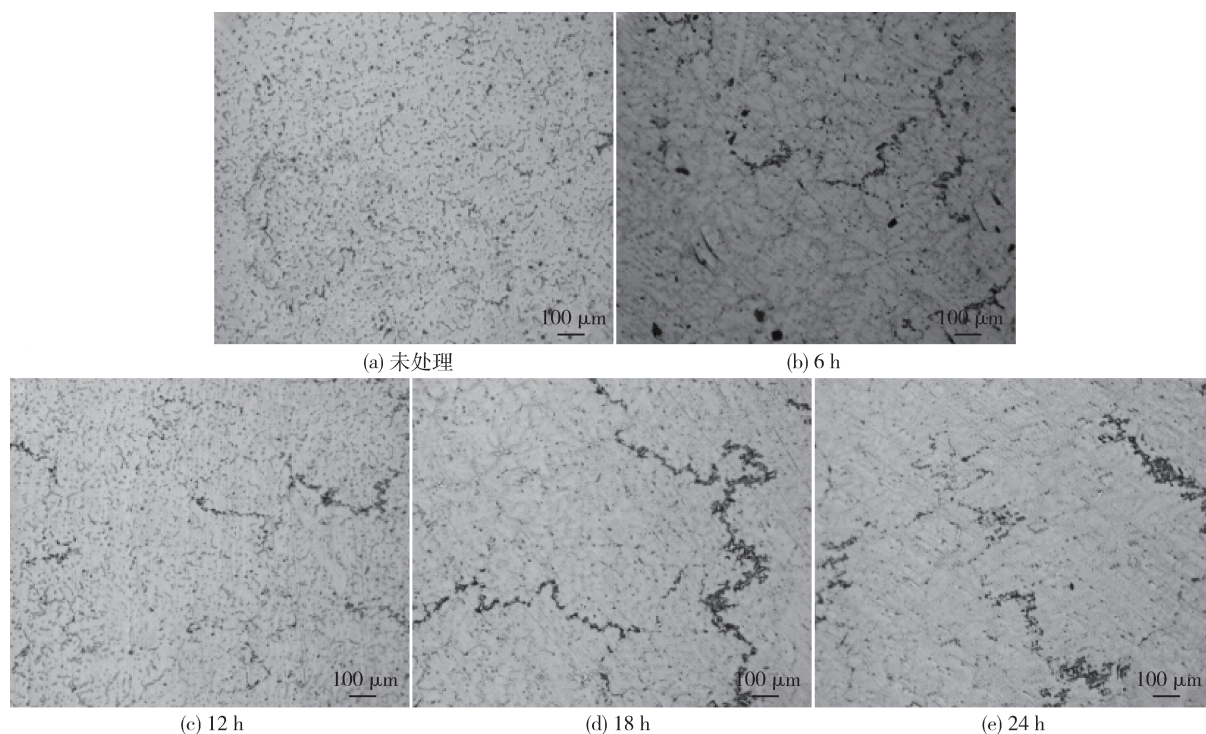


图1 不同深冷处理时间下AZ91D-0.1Ti-1.5Sm合金的金相组织

Fig. 1 Microstructures of the AZ91D-0.1Ti-1.5Sm alloy after different cryogenic treatment times

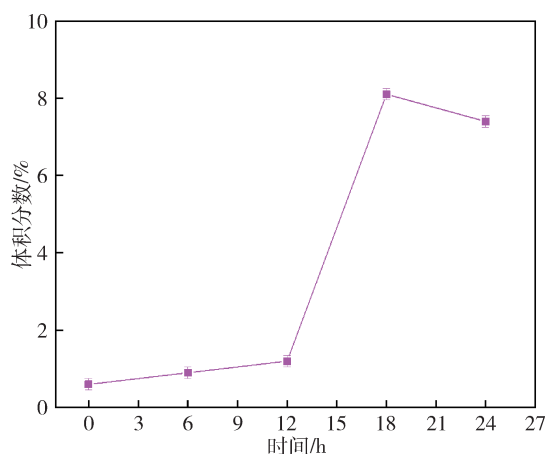


图2 深冷处理后黑色第二相 β - $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相含量随处理时长的变化趋势

Fig. 2 Variation trend of the black second-phase β - $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ content with treatment duration after cryogenic treatment

对AZ91D-0.1Ti-1.5Sm镁合金在不同深冷处理时长下的显微组织进行研究,结果显示:经过深冷处理后,该镁合金的晶粒大小基本保持稳定。观察发现, β - $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相的形态特征和尺寸参数均未产生明显变化,这说明深冷处理工艺对该金属间化合物的析出行为影响有限。然而值得注意的是,实验中观察到黑色第二相的数量明显增多,这一现象证实深冷处理能够有效促进此类相的沉淀析出过程。

通过对深冷处理后各物相的形貌特征(图3)进行分析,得到的数据见表3。结果显示:A区域对应基体 α -Mg相;灰白色的B、C区域为 β - $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相,其主要由Mg和Al元素构成;而D、E区域明亮的衬度则对应于 Al_2Sm 相。本研究选用的AZ91D镁合金通过添加Sm和Ti元素进行改性,由于稀土Sm和合金元素Ti的细化作用,材料初始组织表现为细小晶粒

与均匀分布的第二相。深冷处理后,含Sm相的体积分数增加且平均尺寸减小,而 $Mg_{17}Al_{12}$ 相则出现聚集现象。当处理时间为12 h时,AZ91D-0.1Ti-1.5Sm合金的显微组织均匀性达到最佳状态。然而,继续延长处理时间会导致含Sm相尺寸粗化,同时 $Mg_{17}Al_{12}$ 相含量降低并形成网状分布结构。

表3 点A-E的化学元素EDS分析(原子比)

Table 3 EDS analysis of chemical elements for points A-E (atom percent)

成分分析点	Mg	Al	Zn	Ti	Mn	Sm
A	89.67	9.63	0.71	-	-	-
B	63.46	35.95	0.38	0.04	0.17	-
C	67.93	27.33	4.74	-	-	-
D	24.09	56.54	3.45	-	-	15.92
E	29.01	43.80	-	-	1.65	25.54

图4为AZ91D-0.1Ti-1.5Sm试样的X射线衍射(XRD)分析结果。由图可知,经过深冷工艺处理后,试样中的物相种类维持不变,仍然以 α -Mg、 β - $Mg_{17}Al_{12}$ 和 Al_2Sm 三相为主,这一结果与能谱分析数据相符。然而,各物相的衍射峰强度呈现出显著差异。随着深冷时间延长, α -Mg相的衍射峰呈现持续

增强的趋势。对于 $Mg_{17}Al_{12}$ 相而言,其在12 h处理时达到最大衍射强度峰值,深冷时间超过12 h, $Mg_{17}Al_{12}$ 相衍射峰强度减弱。其原因可能是 Al_2Sm 与 $Mg_{17}Al_{12}$ 相同时析出,导致稀土相聚集和 $Mg_{17}Al_{12}$ 相增加,具体原因尚需进一步研究。

图5为AZ91D-0.1Ti-1.5Sm镁合金经12 h深冷处理后的SEM面扫分析结果。由图可见,该合金中Al、Sm和Zn元素的含量较高。Ti和Zn元素在镁基体中分布均匀,无明显元素偏析。值得注意的是,Al元素主要富集在 Al_2Sm 相和 β - $Mg_{17}Al_{12}$ 相区域内。

2.2 腐蚀性能

图6为AZ91D-0.1Ti-1.5Sm镁合金在3.5% NaCl溶液中浸泡24 h后的质量损失速率对比。结果表明,深冷处理时间对材料的腐蚀速率具有显著影响。特别值得注意的是,经过12 h深冷处理的试样表现出最优的抗腐蚀能力,其质量损失速率为 $0.1468 \times 10^{-4} \text{ g}/(\text{cm}^2 \cdot \text{h})$,较未处理样品降低了20%。这主要归因于 β - $Mg_{17}Al_{12}$ 相的析出特性。当 β - $Mg_{17}Al_{12}$ 相含量较低时,该相在腐蚀环境中主要发挥保护作用,从而有效提高AZ91D-0.1Ti-1.5Sm合金的耐蚀性能。然而,当深冷处理时间延长至24 h

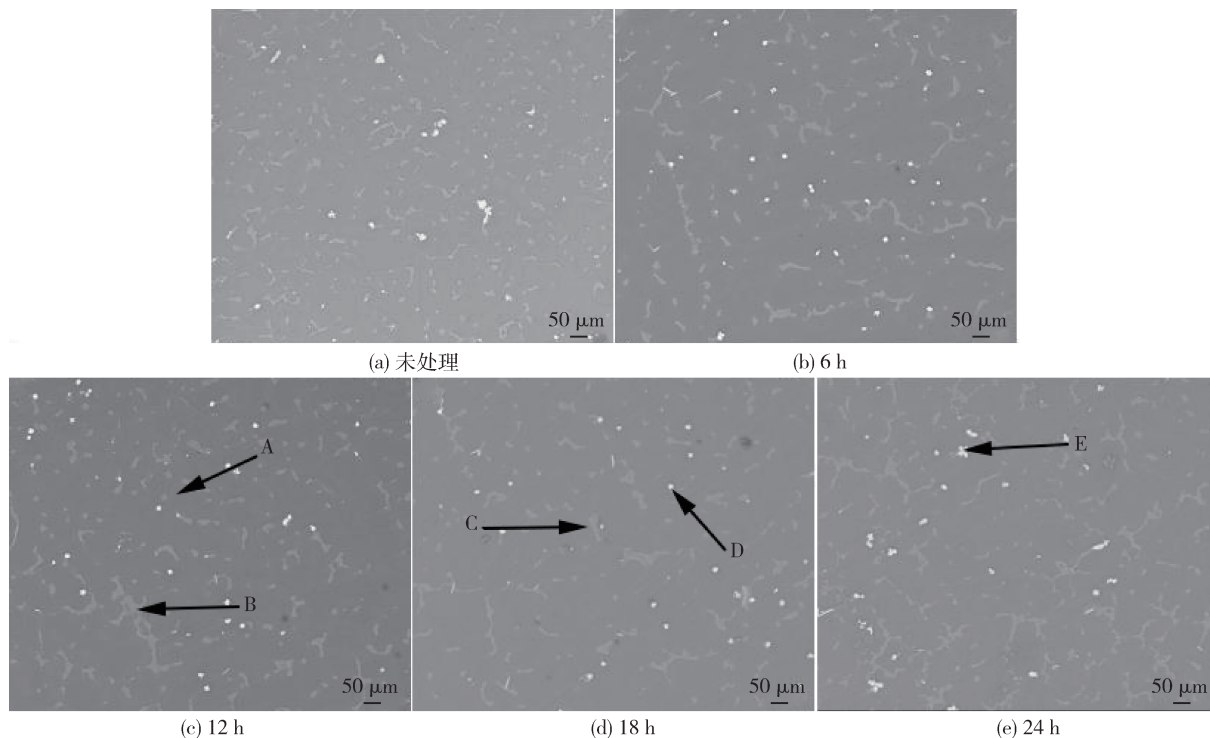


图3 不同深冷处理时间下AZ91D-0.1Ti-1.5Sm镁合金的SEM图

Fig. 3 SEM images of AZ91D-0.1Ti-1.5Sm magnesium alloy with different cryogenic treatment times

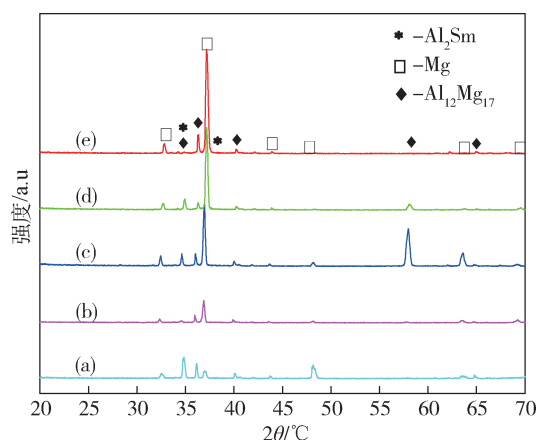


图4 AZ91D-0.1Ti-1.5Sm合金在不同深冷处理时间下的XRD图

Fig. 4 XRD patterns of AZ91D-0.1Ti-1.5Sm alloy at different cryogenic treatment times

时, Al_2Sm 相与 $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相的析出量明显增加(相对于未处理试样), 此时 $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相成为加剧腐蚀的因素。此外, 随着 $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相含量升高, 其形貌由短棒状或颗粒状转变为连续网状结构, 同时伴随稀土相聚集和晶粒粗化, 这些因素的协同作用最终导致材料耐蚀性能下降。因此, 优化深冷处理工艺可有效调控 AZ91D-0.1Ti-1.5Sm 镁合金的耐蚀性能。

2.3 电化学实验极化曲线

图7为 AZ91D-0.1Ti-1.5Sm 镁合金电化学极化行为测试结果, 实验介质为 3.5% NaCl 溶液。观察可见, 五组极化曲线具有相似的形态特征, 表明其腐蚀机理基本一致。然而, 深冷处理显著影响了材料的电化学响应特征, 该响应特征呈现规律性演变: 腐蚀电位首先发生正移继而负移, 与之相伴的

是腐蚀电流密度先降后升的典型变化模式。这表明, 适当的深冷处理能够有效提升该镁合金的抗腐蚀能力。结果表明, 未经深冷处理的试样 B3 其腐蚀电位为 -0.79 V , 腐蚀电流密度达到 $15.8\text{ }\mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$ 。经过 12 h 处理后 (C2), 这两个参数分别改善为 -0.69 V 和 $10.2\text{ }\mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$, 表明材料耐蚀性获得显著提升。然而, 当处理时间延长至 24 h, 电化学参数出现恶化, 腐蚀电位和电流密度分别变为 -1.35 V 和 $43.6\text{ }\mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$, 反映出材料抗腐蚀性能的下降趋势。

2.4 EIS 阻抗谱

图8为 AZ91D-0.1Ti-1.5Sm 镁合金在 3.5% NaCl 溶液中测得的电化学阻抗谱特征。从图8(a)可以看出, 添加 Ti 和 Sm 元素并经过深冷处理的镁合金样品, 其阻抗谱呈现相似的形态特征, 均表现为高频区单一的容抗弧。与未经深冷处理的试样相比, 12 h 深冷处理的 C2 样品显示出最大的容抗弧直径, 而随着处理时间继续延长, 该直径反而小于未处理样品。这一结果表明, 12 h 的深冷处理使合金获得了最佳的耐腐蚀性能。图8(b)和(c)的 Bode 图所得结果与 Nyquist 图的测试数据具有良好的一致性。

表4列出了不同深冷处理时间合金阻抗谱模拟数据。数据显示, 经过深冷工艺处理后, 溶液电阻 R_s 基本保持稳定, 而电荷转移电阻 R_{ct} 则出现显著波动。具体而言, 12 h 深冷处理的样品 C2 其 R_{ct} 数值高于未经处理的试样, 但当处理时间延长至 24 h 后, R_{ct} 值反而低于原始样品。这一规律表明, 适度的深冷处理能够有效提升 AZ91D-0.1Ti-1.5Sm 镁合金的耐腐蚀特性, 该结论与前述实验结果相互印证。

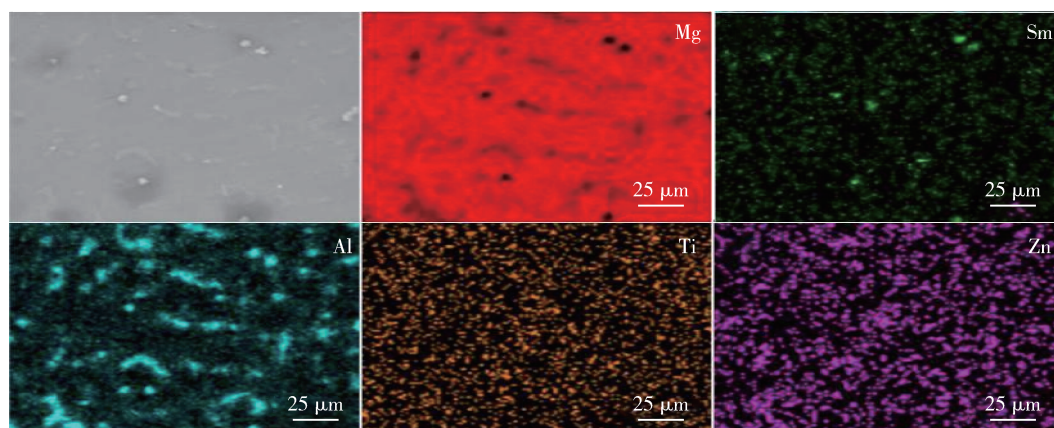


图5 AZ91D-0.1Ti-1.5Sm 镁合金经 12 h 深冷处理后的元素面扫图

Fig. 5 Elemental mapping of AZ91D-0.1Ti-1.5Sm magnesium alloy after 12 h cryogenic treatment

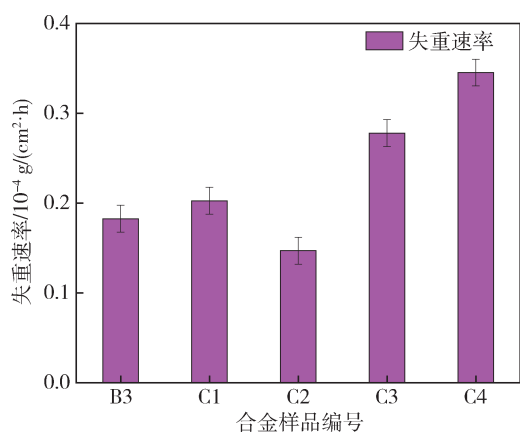


图6 不同深冷处理时间下合金在24 h内的腐蚀速率

Fig. 6 Corrosion rate of the alloy after 24 h immersion under different cryogenic treatment times

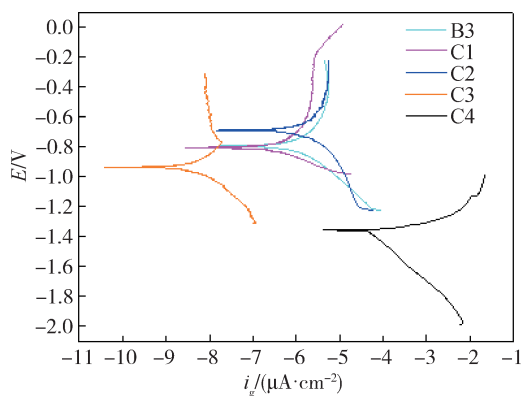


图7 不同深冷处理时间下合金的极化曲线

Fig. 7 Polarization curves of the alloy under different cryogenic treatment times

2.5 力学性能

2.5.1 硬度

图9展示了AZ91D-0.1Ti-1.5Sm镁合金在不同深冷处理时长下的显微硬度变化规律。随着深冷处理时间的增加,试样的硬度值、抗拉强度以及延伸率均呈现先升高后降低的变化特征。未经处理的B3样品初始硬度为69.54 HV,经过6 h处理后(C1)提升至70.14 HV,显示出明显的性能改善。这种强化效应主要源于深冷过程中析出相的数量增加及其均匀弥散分布所产生的强化作用。当深冷时间达到12 h时(C2),析出相强化效果最为显著,合金硬度达到最大值72.38 HV。然而,随着处理时间继续延长至24 h(C4),当第二相粒子超过临界含量时,会发生团聚和尺寸粗化,进而在材料内部产

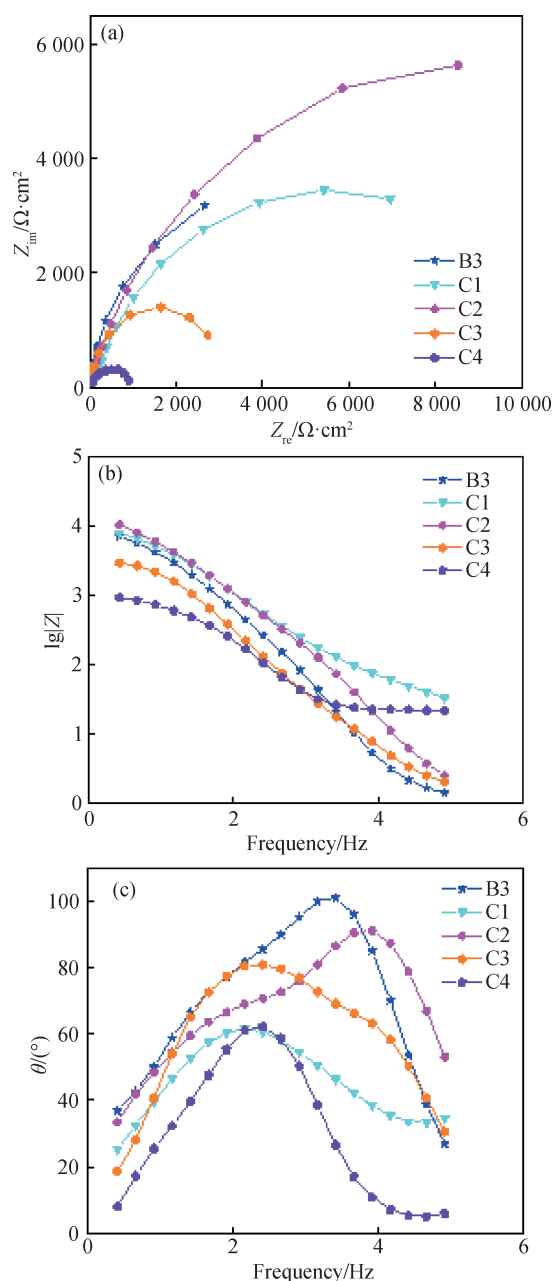


图8 不同深冷处理时间合金的EIS图

Fig. 8 EIS spectra of the alloy under different cryogenic treatment times

生应力集中区域,会造成力学性能的劣化,最终使得试样硬度(67.12 HV)低于未处理的B3样品基准值。

2.5.2 拉伸性能

图10为AZ91D-0.1Ti-1.5Sm镁合金经深冷工艺处理后的力学性能测试结果。结果表明,未经处理的样品其拉伸强度为189 MPa,延伸率为4.9%。经过6 h处理后(C1),材料的这两个性能指标分别

表4 不同深冷处理时间合金样品阻抗谱模拟数据

Table 4 Simulated EIS data of the alloy under different cryogenic treatment times

合金样品 编号	$R_s/$ ($\Omega \cdot \text{cm}^2$)	$R_{ct}/$ ($\Omega \cdot \text{cm}^2$)	$\text{CPEi-T}/$ ($\text{F} \cdot \text{cm}^{-2}$)	CPEi-P
B3	1.199	6 803	$2.55\text{E}-06$	1.016 0
C1	1.296	10 600	$7.57\text{E}-06$	0.735 0
C2	0.655	10 825	$3.16\text{E}-06$	0.881 6
C3	1.675	3 401	$1.04\text{E}-05$	0.884 6
C4	2.361	458.8	$5.80\text{E}-05$	1.074 0

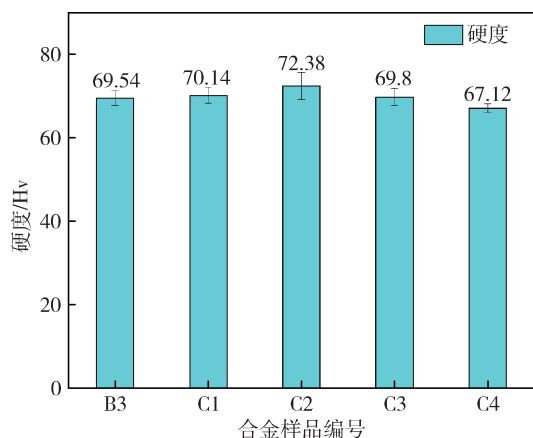


图9 不同深冷处理时间合金维氏硬度

Fig. 9 Vickers hardness of the alloy at different cryogenic treatment times

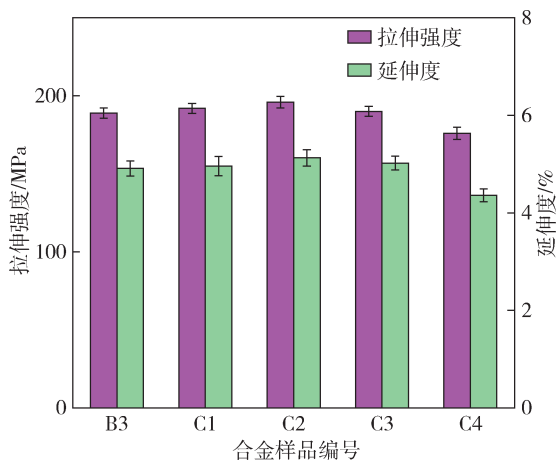


图10 合金深冷处理后的拉伸性能

Fig. 10 Tensile properties of the alloy after cryogenic treatment

提高了3 MPa和0.06%,提升幅度相对有限。当处理时间达到12 h时(C2),合金力学性能达到最优,拉伸强度达到196 MPa,延伸率为5.13%。然而,延

长处理时间至24 h后(C4),材料性能出现明显衰退,拉伸强度和延伸率降至176 MPa和4.36%,甚至低于未处理样品的基准值。这种性能变化规律可能与第二相的演变行为密切相关。在6~12 h处理区间内,第二相粒子的弥散分布产生了显著的强化效果。但随着处理时间延长至24 h, $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相出现粗化现象,同时稀土相发生团聚长大,导致应力集中区域形成,最终造成材料力学性能的劣化。这一结果表明,过长的深冷处理时间反而会削弱镁合金的综合性能。

3 深冷工艺优化 AZ91D-0.1Ti-1.5Sm 合金性能机理分析

深冷处理对 AZ91D-0.1Ti-1.5Sm 合金组织与性能的优化机制,可从相析出行为、晶粒演变及残余应力调控三个层面加以阐释。

1)第二相析出与弥散强化机制。XRD与SEM/EDS联合分析表明,深冷处理不改变合金的物相种类,仍以 $\alpha\text{-Mg}$ 、 $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 及 Al_2Sm 三相为主,但各相含量、尺寸与分布状态随处理时间发生显著变化。在6~12 h处理区间,深冷产生的体积收缩效应增大了基体中的晶格畸变能与位错密度,为溶质原子(Al、Sm)提供了更多的非均匀形核点位,促进了 $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 和 Al_2Sm 相的弥散析出。面扫描结果显示,此时析出相呈细小颗粒状均匀分布于晶内与晶界,这些弥散相粒子对位错运动形成有效钉扎,产生Orowan强化效应,同时细晶强化与析出强化协同作用,使合金拉伸强度和延伸率在12 h时达到峰值(196 MPa,5.13%)。

2)晶粒细化与组织均匀化。金相分析显示,深冷处理后枝晶结构细化,大尺寸晶粒减少。其机理在于:深冷条件下的剧烈热收缩在晶内产生大量位错缠结和亚晶界,随后的自然回温过程触发动态再结晶,形成细小的再结晶晶粒,同时第二相粒子沿新晶界均匀分布,阻碍晶粒长大,从而获得均匀细化的显微组织。

3)过时效效应与性能衰退机制。当处理时间延长至24 h,XRD结果显示 $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相衍射峰强度显著减弱,而SEM观察到该相由弥散颗粒状粗化为连续网状形态, Al_2Sm 相也发生团聚长大。这是因为过长的深冷处理导致已析出的第二相粒子发生Ostwald熟化,界面能驱动下小颗粒溶解、大颗粒长

大,同时连续网状 β 相破坏了基体的连续性,在外力作用下成为裂纹优先萌生与扩展通道,严重削弱材料的强韧性。此外,粗化相与基体间热膨胀系数失配产生的局部应力集中,进一步加剧了力学性能的衰退。腐蚀性能方面,网状 β 相与 α -Mg基体形成大面积微电偶对,加速了电化学腐蚀,导致24 h处理后耐蚀性显著劣化。

综上,深冷处理对AZ91D-0.1Ti-1.5Sm合金存在最优处理窗口(约12 h),在此窗口内,弥散强化、细晶强化与残余应力释放协同增益,使合金获得力学与耐蚀性能的最佳匹配;超出该窗口则诱发“过时效”效应,反而导致性能衰退。

4 结论

本研究以AZ91D-0.1Ti-1.5Sm镁合金为研究对象,通过控制深冷处理时间这一变量,系统考察了处理工艺对材料力学性能和耐腐蚀行为的作用规律,得出以下主要结论。

1)深冷处理可以使AZ91D-0.1Ti-1.5Sm合金中 α -Mg基体晶粒发生旋转并出现细化现象。对AZ91D-0.1Ti-1.5Sm镁合金实施12 h深冷工艺处理后,显微组织分析表明,第二相粒子和稀土相的数量显著增加,且呈现均匀弥散分布特征;深冷过程中产生的热收缩效应在晶内形成高密度位错与亚晶界,在回温过程中诱发动态再结晶,使 α -Mg晶粒细化。然而,随着处理时间的延长至24 h, β -Mg₁₇Al₁₂相逐渐由弥散状态转变为连续的网状形貌,同时Al₂Sm相发生团聚长大,组织均匀性劣化。

2)优化深冷处理时长,可有效调控该镁合金的力学行为。经深冷工艺处理后,AZ91D-0.1Ti-1.5Sm镁合金的力学特性获得显著提升,12 h处理时综合力学性能达到峰值:显微硬度由未处理的69.54 HV提升至72.38 HV,抗拉强度由189 MPa提升至196 MPa,断裂延伸率由4.90%提升至5.13%。然而,当处理时间延长至24 h,合金性能出现明显衰退,显微硬度降至67.12 HV,抗拉强度降至176 MPa,延伸率降至4.36%,均低于未处理样品的基准值,这一现象与 β -Mg₁₇Al₁₂相粗化并转变为连续网状形貌以及Al₂Sm相团聚长大密切相关。

3)AZ91D-0.1Ti-1.5Sm镁合金在不同时长的深冷处理条件下,其抗腐蚀特性呈现显著差异。当处理时间达到12 h时,材料表现出最优异的耐蚀

性,具体表现为:腐蚀电位正向偏移,腐蚀电流密度降低至 $0.1468 \times 10^{-4} \text{ g}/(\text{cm}^2 \cdot \text{h})$,腐蚀速率明显减缓。

[参考文献]

- [1] 吁安山,谢世坤,尹健,等. 内冷搅拌法细化AZ系镁合金半固态浆料初生相的研究[J]. 井冈山大学学报(自然科学版), 2021, 42(1): 67-75.
Yu Anshan, Xie Shikun, Yin Jian, et al. Research on grain refinement of primary phase of semi-solid slurry of AZ series magnesium alloy using internal cooling stirring method [J]. Journal of Jinggangshan University, 2021, 42(1): 67-75.
- [2] Ma Youping, Xu Kewei, Wen Weixin, et al. The effect of solid diffusion surface alloying on properties of ZM5 magnesium alloy [J]. Surface and Coatings Technology, 2004, 190(2): 165-170.
- [3] Song Jun, Gao Yonghao, Liu Chunming, et al. The effect of Sr addition on the microstructure and corrosion behaviour of a Mg-Zn-Ca alloy[J]. Surface and Coatings Technology, 2022, 437.
- [4] Güven Yarkadas, Levent Cenkumru, Selma Özarslan, et al. Effect of Lanthanum on mechanical and wear properties of high-pressure die-cast Mg-3Al-3Sn-3Sb alloy[J]. Materials Testing, 2021, 63(1): 85-91.
- [5] Rokhlin Leonid L., Dobatkina Tatiana V., Nikitina Natalia I.. Constitution and properties of the ternary Magnesium alloys containing two rare-earth metals of different subgroups [J]. Materials Science Forum, 2003, 464(419-422): 291-296.
- [6] 杨湘杰, 郑彬, 付亮华, 等. 稀土Y和Sm对AZ91D镁合金组织与性能的影响[J]. 材料工程, 2022, 50(7): 139-148.
Yang Xiangjie, Zheng Bin, Fu Lianghua, et al. Effect of Y and Sm on microstructure and properties of AZ91D magnesium alloy [J]. Journal of Materials Engineering, 2022, 50(7): 139-148.
- [7] 邹伟峰. Ti、Sm复合添加对AZ91D镁合金组织与性能的影响[D]. 南昌:南昌大学, 2023. DOI: 10.27232/d.cnki.gnchu.2023.001668.
Zou Weifeng. Effect of composite addition of Ti and Sm on the microstructure and properties of AZ91D magnesium alloy [D]. Nanchang: Nanchang University, 2023. DOI: 10.27232/d.cnki.gnchu.2023.001668.
- [8] 谢刚, 田平华, 文湘泉, 等. 深冷处理对固溶时效后2A14铝合金残余应力及尺寸稳定性的影响[J]. 机械工程材料, 2024, 48(8): 68-76.
Xie Gang, Tian Pinghua, Wen Xiangquan, et al. Effect of cryogenic treatment on residual stress and dimensional stability of 2A14 aluminum alloy after solid solution and aging [J]. Materials for Mechanical Engineering, 2024, 48(8): 68-76.
- [9] 胡晓娜, 陈威, 邹晋. 深冷处理技术在铜合金研究中的应用综述[J]. 材料热处理学报, 2024, 45(11): 1-14.
Hu Xiaona, Chen Wei, Zou Jin. Review of application of cryogenic treatment techniques in copper alloys research [J].

- Transactions of Materials and Heat Treatment, 2024, 45 (11): 1-14.
- [10] Bo Chao, Li Liwei, Zhang Jialong. Effects of cryogenic treatment on microstructure and mechanical properties of AZ31 magnesium alloy rolled at different paths[J]. Materials Science & Engineering A, 2022, 832: 172456.
- [11] Singh Haramritpal Sidhu, Singh Balwinder, Kumar Pardeep. Effect of cryogenic treatment on corrosion behavior of friction stir processed magnesium alloy AZ91 [J]. Materials Today: Proceedings, 2021, 46(P20): 10389-10395.
- [12] Liu Yong, Shao Shuang, Xu Chunshui. Effect of cryogenic treatment on the microstructure and mechanical properties of Mg-1.5Zn-0.15Gd magnesium alloy [J]. Materials Science & Engineering A, 2013, 588: 76-81.
- [13] Dong Ningning, Sun Lingxiong, Ma Hongbin, et al. Effects of cryogenic treatment on microstructures and mechanical properties of Mg-2 Nd-4Zn alloy [J]. Materials Letters, 2021, 305: 130768

Influence of cryogenic treatment time on microstructure and properties of AZ91D-0.1Ti-1.5Sm magnesium alloy

Yang Xiangjie^{1,4}, Zou Weifeng², Liu Qinbiao¹, Xie Shikun³, Yu Anshan³

(1. School of Advanced Manufacturing, Nanchang University, Nanchang 330031, China;

2. Zhejiang Aixu Solar Technology Co., Ltd., Yiwu 322009, China;

3. School of Mechatronic Engineering, Jinggangshan University, Ji'an 343009, China;

4. School of Intelligent Manufacturing, Nanchang Jiaotong University, Nanchang 330100, China)

Abstract: Rare earth doping and deep cryogenic treatment are both advanced methods for improving material performance. In this study, a novel AZ91D-0.1Ti-1.5Sm magnesium alloy was successfully fabricated by introducing Ti and Sm alloying elements into the AZ91D magnesium alloy matrix via an alloying approach. The alloy was subjected to cryogenic treatment in liquid nitrogen at -196°C for durations of 6 h, 12 h, 18 h, and 24 h, respectively. A comprehensive combination of characterization methods including optical microscopy, scanning electron microscopy (SEM), energy-dispersive spectroscopy (EDS), X-ray diffraction (XRD), mechanical property testing, and electrochemical corrosion measurements was employed to systematically investigate the influence and underlying mechanisms of cryogenic treatment time on the microstructure, mechanical properties, and corrosion resistance of the alloy. The results demonstrate that cryogenic treatment refines the α -Mg matrix grains and significantly increases the volume fraction of the β -Mg₁₇Al₁₂ phase and Al₂Sm rare-earth phase with a more dispersed distribution. However, as the treatment time extends to 24 h, the β -Mg₁₇Al₁₂ phase gradually transforms from dispersed particles into a continuous network-like morphology, accompanied by coarsening and agglomeration of the Al₂Sm phase. Regarding mechanical properties, optimal comprehensive performance is achieved at 12 h of cryogenic treatment, with microhardness increasing from 69.54 HV (untreated sample) to 72.38 HV, tensile strength from 189 MPa to 196 MPa, and elongation from 4.90% to 5.13%. Nevertheless, after 24 h of treatment, the mechanical properties deteriorate significantly, with microhardness dropping to 67.12 HV, tensile strength to 176 MPa, and elongation to 4.36%. In terms of corrosion performance, the 12 h cryogenically treated sample exhibits the best corrosion resistance, with corrosion current density decreasing from $15.8\ \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$ (as-cast) to $10.2\ \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$, and corrosion potential shifting positively from $-0.79\ \text{V}$ to $-0.69\ \text{V}$. After 24 h, the corrosion resistance deteriorates, with corrosion current density increasing to $43.6\ \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$. Controlled cryogenic treatment duration (with 12 h identified as the optimal processing window) can effectively enhance both the mechanical properties and corrosion resistance of this magnesium alloy.

Key words: magnesium alloy; Ti and Sm doping; cryogenic treatment; microstructure; mechanical properties; corrosion resistance