

第一章 研究背景與方向

1.1 超塑性材料之基本性質

超塑性 (Superplasticity) 首先在科學領域被討論是在 1912 年，超塑性被定義成材料有很大的拉伸應變[1]。經過最近幾年的研究與發展，也陸續發現在陶瓷，介金屬化合物，及複合材料都有超塑性行為[2][3]。在工業界，使用超塑性主要的目的是開發一體成形的製程，降低加工回彈 (spring back) 現象，以及減少物件因銲接產生應力集中所造成的問題，希望能降低成本提高產能。

就力學觀點而言，超塑性材料有一共同特性，在拉伸變形時，它的應變速率敏感值 (strain rate sensitivity, m) 大部分是較高的。若以數學公式來表示材料的性質，即所謂的 constitutive equations，我們最常用的公式為 power law：

$$\sigma = K \dot{\epsilon}^m \quad (1)$$

式中 σ 為應力， $\dot{\epsilon}$ 為應變速率， K 是與溫度及材料本身有關的常數；而 m 之定義為：

$$m = \frac{\partial \ln \sigma}{\partial \ln \dot{\epsilon}} = \frac{\dot{\epsilon}}{\sigma} \frac{d\sigma}{d\dot{\epsilon}} \quad (2)$$

材料若發生理想的牛頓黏滯行為 (ideal Newtonian viscous behavior)，則其 $m = 1$ ，如熔融玻璃。一般金屬與合金，在室溫時 m 值小於 0.1，而典型超塑性材料，在其超塑條件下，其 m 值大於 0.3。在大部分超塑性材料成形時，通常會有以下所需具備的條件[4][5]：

- (1) 小且穩定的晶粒結構，一般是低於 $10 \mu\text{m}$ ，變形後能維持細小且等軸晶粒；
- (2) 較高的拉伸溫度，大約是 $0.8 T_m$ (T_m 為溶點溫度) 左右，因為超塑性變形是

一個與擴散控制有關的過程 (diffusion-controlled process)。在高溫形變時，為維持細晶粒結構，通常需要第二相的幫助。因此早期超塑性材料多為共析或共晶合金，而目前則較多研究現有的商用合金，利用第二相顆粒的析出抑制晶粒成長。

(3) 較低的應變速率，一般是低於 10^{-4} - 10^{-3} s^{-1} 左右。

對於影響超塑性材料因素一般可分為：

- (1) 晶粒大小與彼此角度的差異，即晶界滑移 (grain boundary sliding) 的能力。
- (2) 應力與應變速率的關係，即應變速率敏感值 (m 值) 大小。
- (3) 應力大小與應變的關係。
- (4) 晶粒成長的趨勢。
- (5) 裂洞產生的趨勢。

1.2 超塑性材料之簡介

超塑性的種類通常包括：(1) 細晶粒超塑性 (fine-structure superplasticity, FSS); (2) 內應力超塑性 (internal-stress superplasticity, ISS); (3) 高應變速率超塑性 (high-strain-rate superplasticity, HRSP) 或低溫超塑性 (low temperature superplasticity, LTSP); (4) 其他機構。

1.2.1 細晶粒超塑性

就一般超塑性材料的變形機構而言，尚無一完整理論解釋已觀察到所有超塑性變形行為。早期對變形機構之提出，主要分為三類[6]：

- (1) 利用擴散流 (diffusional flow, Coble creep)

- (2) 晶界滑移伴隨擴散流為補償機構 (Ashby-Verral)。
- (3) 晶界滑移伴隨差排滑移為補償機構。

一般接受的構想是晶界滑移伴隨一些補償機構，後著是為了避免存在於三接點的裂孔發展而導致材料的破壞。從圖一可觀察到高溫時細晶粒材料應力與應變速率的關係，大致可分為 S 形三個區域，即 Region I, Region II, Region III [4][6]，而且也可發現在變形時，會有兩個獨立變形機構互相競爭，虛線為晶界滑移，實線為差排滑移潛變 (power-law creep)，兩者為獨立機構，因此行為較快者即為速率控制機構。Region III 為差排滑移潛變所控制，在 Region I 可發現一起始應力值 (threshold) 和低的延展性，且該區 m 值很低。Region II 是超塑性流區域，其 m 值大約是 0.5 左右。晶界滑移通常可由試片經過拉伸試驗後，其表面所刻劃的線條錯位 (offset) 的現象得到印證。因此為達晶界滑移之目的，晶粒必須是小的，隨材料不同，而有不同的要求，對於金屬材料而言，一般小於 $10\ \mu\text{m}$ ，對於陶瓷材料則需小於 $1\ \mu\text{m}$ 。

應變速率隨晶粒尺寸 d 的降低而提高，因此應變速率與晶粒尺寸呈現一簡單關係[7]：

$$\dot{\epsilon} \propto d^{-p} \exp(-1/T) \quad (3)$$

其中 p 等於 2 或 3 意表示晶粒細化後，在固定溫度時，超塑應變速率會增快。另一方面，在固定應變速率時。晶粒細化會導致超塑性溫度降低。另外在拉伸過程中，還有一現象發生，流應力 (flow stress) 亦會隨著晶粒尺寸之降低而下降。

1.2.2 內應力超塑性 (Internal-stress superplasticity, ISS)

利用材料內部所產生的內應力而達到超塑性之目的。一般具有內應力超塑性的材料，其 m 值約可達到 1 左右，例如呈現理想牛頓型黏滯行為。晶粒尺寸大小

並不是很關鍵。在大部分例子產生內應力的原因有下列幾種[6]：

- (1) 多相材料在熱循環或壓力循環過程中發生相變化。
- (2) 在熱循環中，純金屬或單相合金其本身的非均向性（anisotropic）熱膨脹係數（thermal expansion coefficients）所導致的內應力。
- (3) 在熱循環過程中，複合材料因本身組成不同而有不同的熱膨脹係數，因此產生內應力。

1.2.3 高應變速率或低溫超塑性

事實上，高應變速率或低溫超塑性是細晶粒超塑性的延伸。這領域的重要是因為傳統超塑性僅被發現在相對低的應變速率，典型的應變速率為 10^{-4} - 10^{-3} s^{-1} 。速率快約 1000 倍以上，高應變速率超塑性發生在較高的應變速率，其應變速率為 10^{-1} - 10^1 s^{-1} ，晶粒大幅細化明顯地為高應變速率超塑性之重要因素。另一方面，超塑性溫度一般大約為材料熔點之 $0.8 T_m$ 以上，對鎂合金（ $T_m=650$ °C 或 923 K）或鋁合金（ $T_m=660$ °C 或 933 K），其超塑性溫度約為 500 °C 或 773 K 上下，即 $0.8 T_m$ 附近，由於晶粒細化，超塑性溫度也可下降到 0.4 - $0.7 T_m$ ，就鎂及鋁合金而言，就降到 200-400 °C 上下。

1.2.4 其他機構

在金屬中大的拉伸變形量還有可能被觀察到如在 Class I 固溶合金，該類變形機構主要是溶質原子拖曳潛變（solute-drag creep）機構，差排的移動會受到溶質原子的牽制，差排的移動速率控制了變形速率，故晶粒尺寸的要求就並很需要其 m 值約為 0.33。另一種便是粗晶粒材料在很低應變速率下藉由擴散流（diffusion flow）而得到不錯的伸長量，其 m 值可達到 1 左右。就像藉著 Coble creep 也就是晶界擴散（grain-boundary diffusion）；Nabarro-Herring creep 是原子經晶格擴散（lattice

diffusion) 和 Harper-Dorn creep 是經由滑移 (slip)。

1.3 鎂合金的發展與應用

儘管鎂元素在地球的蘊藏豐富，但由於提煉純鎂成本高，再加上其耐蝕性較為遜色，鎂合金以往在金屬材料中一直受到忽略，不過近年來由於可攜式產品大行其道，鎂合金的前景才為各界所看好。鎂合金有以下的特性：

- (1) 重量輕：鎂合金的比重是其他常用結構合金中最輕者。
- (2) 散熱佳：傳導率較塑膠好。
- (3) 耐衝撞：耐撞強度及吸振性較塑膠佳，尤其是相同抗力下厚度僅塑膠的 1/3。
- (4) 厚度薄：最薄可到 0.5 mm 是塑膠 1 mm 的 1/2。
- (5) 低成本的加工及壓鑄。
- (6) 防電磁波干擾。
- (7) 符合環保：可回收再利用。

在上述的特性中使鎂合金極有機會逐漸取代鋁合金與工程塑膠成為汽車或電子產品外殼的主要材料。儘管鎂合金有以上眾多的優點，不過因為鎂合金結構為六方最密堆積 (hexagonal close-packed, HCP)，故在室溫時，延展性較差，適當的成形方法有助於製造出複雜且堅固的成品。在討論鎂合金成形前，先了解純鎂的物理性質與機械性質如表一[8]，以及增添不同合金元素對整體機械性質的影響如表二[8]，這有助於我們更了解鎂合金的特性。

鎂合金成形方法有許多種，如冷、熱室壓鑄 (die casting)、觸變成形法 (Thixomolding) 及流變成形 (Rheomolding) [9][10][11]。其中大多數的業者均選擇採用壓鑄製程，這是因為壓鑄是屬於十分成熟的製程。而利用超塑性成形鎂合

金材料，如日本 SONY 等公司開發之”鍛造成形(press forging)”[12]，即為在超塑性範圍下作熱壓成形，亦也是現代工業界頗受注意的成形方法之一。未來對於複雜形狀的整體結構，超塑成形將取代傳統設計，可節省成本及降低生產時間。

1.4 鎂鋁合金超塑性之研究

有關鎂鋁合金之研究，如添加不同種類與含量的元素，不同加工過程與熱機處理 (thermomechanical treatments, TMT) 過程，均會得到許多變化。在這裡，可以從一些報告和文獻的結果，探討晶粒大小，不同合金元素，與含量及不同加工條件對材料的潛變強度、應變速率敏感值、伸長量、裂孔 (cavitation) 現象、變形機構及微結構所造成的影響。

1.4.1 晶粒尺寸

Narutani 等人[13]便有廣泛的描述在鎂金屬或合金中，其晶粒大小和拉伸性質有相對關係存在。Nussbaum 等人[14][15]則以 AZ91 (Mg-9Al-1Zn) 為例，以快速凝固 (rapid solidification, RS) 及不同擠型情況 (溫度、速度及比例) 得到不同的晶粒，當晶粒愈小時所對應的機械性質愈好。可藉由表三明顯觀察到晶粒大小與機械性質之相對的關係。在 Mg-Al 合金系統中，以純鎂、AZ31 (Mg-3Al-1Zn) 和 AZ91 為例，其中 AZ31 及 AZ91 經過 T4 處理，把三種不同材料做硬度值比較，我們觀察到硬度值分別為 $H_v=28$ 、47 及 60 kg/mm^2 。我們可以看出在此實驗，Mg-Al 系中 Al 可當成有效的硬化元素。而析出 β 相 ($\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$) 會隨著退火溫度的提高而使得 β 相之體積比率下降。

Yue 等人[16]及 Mabuchi 等人[17]以不同熱處理條件以及工作環境溫度得到不

同晶粒尺寸，藉由晶粒大小來探討晶粒對機械性質的影響。以 AZ91 鎂合金為例，可由文獻觀察到晶粒愈小時，整體所表現出的機械性質越佳，如室溫最大抗拉強度和伸長量。且符合 Hall-Petch 方程式

$$\sigma = \sigma_0 + kd^{-1/2} \quad (4)$$

其中 σ 為材料的降伏強度或其產生永久變形的應力， d 為晶粒大小， σ_0 為與晶粒大小無關之材料應力，而 K 為比例常數。由於鎂合金之 K 常數比鋁合金大很多，故在鎂合金中作晶粒細化，可以比鋁合金有效低提升強度。

超塑性方面而言，晶粒大小對於伸長量、應變速率及潛變強度都有明顯的變化。在固定應變速率下，當晶粒較小時，其伸長量比大晶粒大很多。小晶粒可在較高的應變速率或較低溫度下得到和大晶粒一樣的伸長量。

1.4.2 元素含量多寡之差異

Kaneko 等人[18]以 Mg-Al-Zn 三元合金系統為例，其中 Al 含量從 1~10%，而 Zn 的含量則為 5~12%，利用快速凝固和粉末冶金法 (powder metallurgy, PM) 有效地提高了拉伸強度。粉末冶金較鑄錠冶金 (ingot metallurgy, IM) 所表現的機械性質更佳。其機械強度的增加最主要是二次相顆粒細化分佈的原因，鎂基的晶粒細化可藉由熱擠型得到。該文獻以 AZ105、ZA84、AZ88、ZA101、ZA124 和 ZA128 為例，經過粉末冶金和快速凝固，及鑄錠冶金和快速凝固兩種方式製造，在經過 300 °C 時 100:1 之熱擠型，比較其中之差異性。在結構上 PM 所製造之材料，二次相顆粒分佈較均勻且顆粒較小，IM 之二次相顆粒較大且不均勻。針對硬度、拉伸強度和超塑性等三方面條列下列結論：

(1) 硬度：

粉末冶金和快速凝固在經過熱擠型後的硬度較鑄錠冶金和快速凝固高，而從

數據也顯示 Al 的含量多寡影響到硬度值，Al 當含量愈多時，其硬度值也相對的提高。另一現象是硬度值會隨著溫度的升高而降低，這是因為加工硬化的金屬，當溫度升高時會發生回復 (recovery)、再結晶 (recrystallization) 和晶粒成長 (grain growth) 等步驟而使得硬度下降，如圖二 (a)(b) 所示。

(2) 拉伸強度：

一般的壓鑄材料在室溫時其拉伸強度大約 110~120 MPa。經過熱擠型後的材料可增加到 170~310 MPa，而文獻中數據也顯示當 Al 和 Zn 含量愈高時，其拉伸強度也越高。以粉末冶金製造的 ZA128 為例，其拉伸強度可達 447 MPa。而相同材料以粉末冶金製造比鑄造冶金在拉伸強度方面，其拉伸值大約高 50 MPa 左右。另一有趣現象便是 PM 材料在室溫時拉伸強度較 IM 高，不過再提高溫度後 PM 材料之拉伸強度卻比 IM 低，如圖三(a)(b)所示。

(3) 超塑性：

將 PM 製造之材料測試於 200 °C 及 300 °C，應變速率為 $2 \times 10^{-4} \sim 2 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ ，我們發現這幾種材料在 300 °C， $2 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ，都存在最大的伸長量，這四種材料 AZ105、AZ88、ZA124 和 ZA128 之伸長量分別為 900%、800%、500%、500%。我們也可以發現這四種合金在 300 °C 時其伸長量會隨著 Al+Zn 含量減少而變大。在測試範圍 m 值也會隨著應變速率增加而變大，從 0.24 變為 0.65。

1.4.3 晶粒細化之加工方式

為了使鎂合金有更好的機械性質，可以藉由不同的加工方式來細化內部的晶粒大小，因為晶粒大小影響超塑性性質，綜合歸納成下列幾大項，且一一說明其中的優劣。

1.4.3.1 快速凝固法

Solberg 等人[19]以 AZ91 鎂合金為例，利用快速凝固法，測到寬度 12 mm，而厚度僅 100 μm 之薄片帶，之後再裁斷疊成厚塊，再經過 40:1 擠型，其晶粒大約為 1.2 μm ， β 相約為 0.2 μm ，而一般壓鑄再經擠型的晶粒大約為 3~20 μm ，故快速凝固所得的晶粒較一般壓鑄的晶粒小。而且微結構在溫度上升時也很穩定，如晶粒在 300 $^{\circ}\text{C}$ 時保持 12 小時其晶粒大小並沒有很大的改變，晶粒維持在 1.9 μm 左右。在 $3.3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 與 300 $^{\circ}\text{C}$ 下為例，一般壓鑄及快速凝固法所得的伸長量分別為 170% 及 1000%。快速凝固法其獲得超塑性行為遠較一般傳統的壓鑄好很多，其最主要的原因是因為成形時，快速凝固法所造成的空洞較少之原因。否則在高溫下拉伸容易因空洞而斷裂，不過這種厚度僅 100 μm 之快速凝固薄片帶，再經繁複累疊後施予擠型，材料成本極高，適合研究卻不能大量工業化應用。

1.4.3.2 粉末法

Mabuchi 等人[17]以 AZ91、ZK60、ZK61 鎂合金為例，比較粉末冶金法與鑄錠冶金製造之材料在特性上有何差異。先從晶粒大小說明，粉末冶金法與鑄錠冶金經過 300 $^{\circ}\text{C}$ 時 100:1 的熱擠製後，將試片做退火處理，退火溫度為 300 $^{\circ}\text{C}$ ，而退火時間為 30 分鐘，觀察四種材料 (PMAZ91、IMAZ91、PMZK61、IMZK60) 之晶粒大小分別為 1.4 μm 、5.0 μm 、1.4 μm 、2.4 μm 。發現由粉末冶金法所製造的材料，其晶粒都明顯地小於鑄錠冶金法所製造，而以粉末冶金法所製造的材料在高應變速率下有較良好的超塑性性質，這是因為晶粒越小時所對應的超塑性應變速率越快。同樣粉末材料成本亦大幅高於鑄造材，大規模使用仍受限制。

1.4.3.3 壓延法

Liu 等人[20]則以商用 AZ31 鎂合金為例，經簡單的熱壓延法。而超塑性成形溫度為 300 $^{\circ}\text{C}$ ~500 $^{\circ}\text{C}$ ，觀察到當成形溫度為 400 $^{\circ}\text{C}$ 以下時，AZ31 鎂合金之晶粒

大小從 250 μm 變為 50 μm , 但溫度大於 400 $^{\circ}\text{C}$ 時, 成形後晶粒大小大約為 100 μm 左右。這說明晶粒在低溫時細化, 但在高溫時卻晶粒成長。超塑成形過程在動態再結晶 (dynamic recrystallization) 及晶粒成長之間。將 AZ31 鎂合金作拉伸試驗, 其工作溫度範圍為 200 $^{\circ}\text{C}$ ~500 $^{\circ}\text{C}$, 應變速率為 $5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, Liu 等人[20]得到最大之伸長量為 170%, 工作條件為 500 $^{\circ}\text{C}$ 與 $5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 。TEM 觀察顯示差排潛變 (dislocation creep) 扮演晶粒細化一重要角色, 而大部分之晶界為高角度晶界 (high-angle grain boundaries), 且在成形後差排密度變小, 這是因為晶界會吸收差排所致。

該文獻也由實驗推斷晶界移動 (grain boundary migration) 導致晶粒成長, 而動態再結晶導致晶粒細化 (grain refinement) 這兩種現象都為補償過程 (accommodation processes)。因連續的回復及再結晶使晶粒細化且演化出高角度晶界, 使超塑性現象產生。

1.4.3.4 等徑轉角擠製 (Equal channel angular extrusion, ECAE)

Mabuchi 等人[21]以 AZ91 鎂合金為例, 將鑄錠材置於 415 $^{\circ}\text{C}$ 中做固溶處理 2 小時之後再施以低溫的等徑轉角擠製, 溫度為 215 $^{\circ}\text{C}$ 。所得的晶粒為 1 μm 較一般傳統加工如擠型 (extrusion) 壓延 (rolling) [17][20]小, 經等徑轉角擠製的總應變為 8.05[22], 可藉由下面的式子計算得知

$$\epsilon_n = 1.15 N \cotan \frac{\phi}{2} \quad (5)$$

ϵ_n 為應變強度, N 為擠製的次數, ϕ 為通道間的角度。

該文獻之 AZ91 經過等角擠製後作拉伸實驗分析, 觀察到在應變速率為 $6.2 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, 200 $^{\circ}\text{C}$ 時有很好的超塑性, 伸長量為 661%, 相對於其他方式的加工,

的確有效地降低超塑性的溫度。不過 ECAE 擠製之試片，尺寸很小，約為 10-30 mm 之直徑，目前仍很難作工業大量應用。

Mabuchi 等人[23]利用高解析電子顯微鏡 (high-resolution electron microscopy, HREM) 觀察到經過等角擠製後的材料呈現不平衡狀態 (non-equilibrium state)，這現象便是晶界的刻面上有規則或不規則排列的起伏 (wavy)，且隨著愈接近晶界其晶格平面歪曲 (distortion) 愈大。可將試片放置在 225 °C 環境下 12 小時做退火 (annealing)，使非平衡晶界轉變為平衡晶界。而晶粒大小由 0.7 μm 變為 3.1 μm 。而有平衡晶界之材料會呈現較長的超塑性伸長量。這是因為平衡晶界較易進行晶界滑移。

1.4.3.5 擠型法

Lee 等人[24]以 AZ91/SiC_p 複合材料為例，不同的擠型比 (extrusion ratio)、擠型溫度和 SiC_p 顆粒大小都會影響機械性質好壞。文中提到擠型溫度越高或擠型比越小對於擠型的壓力也相對的越小，不過所得到的試片拉伸強度也相對地減小，而且強化相顆粒大小和含量也影響到超塑性的好壞，這現象不只在複合材料成立，Mabuchi 等人[25]也以 AZ91 鎂合金為例，材料經過三種不同溫度 300 °C、400 °C、480 °C 作熱擠型。擠型後的晶粒大小分別為 7.6 μm 、15.4 μm 和 66.1 μm 。m 值也隨著擠型溫度的升高而下降，從 0.5 變為 0.2，伸長率也從 310% 下降為 30% 以下。由結果可觀察到在 300 °C 時作擠型，AZ91 鎂合金所表現的超塑性行為最佳。由於鎂合金不易作中低溫滾壓，故擠型法成為鎂合金最佳細化晶粒方法。不過擠型成品多為棒材，不利於後續大量應用，故薄板擠型或許可成為工業使用方法之一。

1.4.3.6 雙重式擠製法 (Double extrusion)

Mukai 等人[26]利用雙重式擠製法來製造細晶粒，雙重擠型也就是二次加工擠型，以 ZK60 加上 17vol%SiC 的顆粒為例，經過雙重式擠製法 (double extrusion) 可得到大約為 1.7 μm 的晶粒，而在 350 $^{\circ}\text{C}$ 以下晶粒大小維持一定，350 $^{\circ}\text{C}$ 以上晶粒則快速成長，在該文獻中觀察到在 350 $^{\circ}\text{C}$ 與 10^{-1} s^{-1} 時可得到最大的伸長量，伸長量為 450%，可以算是低溫且高速超塑性。

1.4.4 鎂合金之拉伸破裂行為

當探討鎂合金之低溫超塑性行為時，也需先就室溫拉伸來探究鎂合金之破壞行為 (fracture behavior)。Lu 等人[27]以 AZ91 鎂合金為例，利用光學顯微鏡及掃描式電子顯微鏡 (scanning electron microscopy, SEM) 觀察拉伸後 AZ91 鎂合金之破斷面。資料顯示 AZ91 鎂合金最主要的室溫破裂模式為脆性破裂 (brittle fracture) 和劈裂 (cleavage)，Reed-Hill[28]則以 Zn 為例，觀察其晶體之劈裂面 (cleavage plane) 為 (0001)。對於 AZ91 鎂合金中最主要介金屬是析出物 β 相 ($\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$)。不過因為鎂基為六方堆積結構，而 $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 為體心立方結構 (body-centered cubic, BCC)，導致 $\text{Mg}/\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 之界面呈現脆性。微小裂紋 (microcrack) 產生趨向於 $\text{Mg}/\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 之界面或者 $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 之顆粒。 $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 的體積和型態會影響機械性質。Lahaie 等人[14]也呼應了 $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 的多寡影響材料拉伸強度如表三所示，且當溫度越高時， $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 的量會相對的減少。觀察拉伸的表面時，會發現裂紋主要發生在靠近 $\text{Mg}/\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 之界面或者 $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 之顆粒。這些裂紋會合成一長的裂紋流 (crack river)，裂紋流連接最主要的裂紋及二次裂紋。材料斷裂最主要原因是細紋的合併 (coalescence) 及成長 (growth)，而劈裂特徵是劈裂階 (cleavage steps)、劈裂流 (cleavage rivers) 及二次裂紋 (second cracks)。

1.5 鎂合金與鎂基複合材料之比較

鎂基複合材料 (Magnesium matrix composites) 與鎂合金最大不同點是鎂基複材內增加一些強化相 (reinforcements), 其目的是為了增強機械性質。從最近一些文獻, 加以歸納與說明並分析鎂合金與鎂基複材在超塑性質的差異性。

Nieh 等人[29][30]則以 ZK60/17%SiC 鎂基複材為例, 將材料經過熱擠型, 得到細小晶粒, 晶粒大小為 $0.5 \mu\text{m}$, 而拉伸測試條件範圍, 溫度為 $250^\circ\text{C}\sim 500^\circ\text{C}$, 而應變速率為 $2\times 10^{-4}\sim 1.3\times 10^0 \text{ s}^{-1}$, 可以得到不錯的超塑性。以應變速率為 1.3 s^{-1} 溫度 350°C 、 400°C 、 425°C 、 450°C 、 500°C 為例, 伸長量分別 230%、330%、290%、320%、210%、270%。發現一有趣現象便是在較低的應變速率下, 其 m 值 <0.1 , 但當應變速率超過 10^{-1} s^{-1} 時, 其 m 值可達 0.3, 這說明該細晶鎂基複合材料在較高的應變速率下會有高速超塑性出現。

Lim 等人[31]則以 Mg-5Zn/TiC_p 為例, 將材料經過熱擠型及熱壓延, 其擠型及壓延之工作溫度均為 400°C , 添加不同比率的 TiC 對於拉伸性質有所影響, 以 10%與 20%為例。Mg-5Zn/10%TiC 在 470°C , $1.7\times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$, 有最大的伸長量 200% 左右, m 值為 0.3。而 Mg-5Zn/20%TiC_p 在 470°C , $6.7\times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, 有最大的伸長量 300%, m 值為 0.43。由實驗數據顯示含強化相 TiC 愈多之鎂基複合材料在超塑性質表現愈好。但如果應變速率超過 $1.7\times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$, 雖然 m 值維持在 0.3, 不過總伸長量卻逐漸地下降, 這可能是該鎂基複材在高應變速率下拉伸有過多裂紋。作者觀察拉伸試驗完後的破斷面, 我們可知道鎂基複材在高應變速率下會有好的超塑性, 是因為有液相 (liquid phase) 存在的原因。

Imai 等人[32]以 Mg-5Al/AlN_p 為例, 將材料經擠型及壓延, 其擠型溫度及壓延之工作溫度分別為 400°C 及 425°C 。 m 值隨著應變速率的增加而變大, 當應變速

率小於 $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ 時，其 m 值低於 0.1，而應變速率為 $1 \times 10^{-1} \sim 1.5 \times 10^0 \text{ s}^{-1}$ 時， m 值則為 0.39~0.43，最大的伸長量發生在 $400 \text{ }^\circ\text{C}$ 與 $5 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ ，伸長量為 200%。

Mabuchi 等人[33]以 $\text{Mg}/\text{Mg}_2\text{Si}_p$ 為例，將材料經過擠型，可以得到等軸的細晶粒，晶粒大小為 $1.4 \text{ }\mu\text{m}$ ，而最大的抗拉強度為 500 MPa ，比其他的鎂合金大。在 $500 \text{ }^\circ\text{C}$ ，應變速率 1×10^{-2} 、 1×10^{-1} 、與 $1 \times 10^0 \text{ s}^{-1}$ 下，其伸長量分別為 335%、344% 與 270%。

Watanabe 等人[34]及 Imai 等人[32]更直接以鎂合金及鎂基複合材料做比較。可簡單地歸納成下列幾點：

(1) 晶粒大小：

複合材料之晶粒大小較合金小，且熱穩定性 (thermal stability) 也比較好。

(2) 抗拉強度：

複合材料因為添加了強化相，使得在抗拉應力值較合金有好的表現。

(3) m 值變化：

在高應變速率及低應變速率下，其合金的 m 值差異不大。但在複合材料時，其應變速率便對 m 值大小有很大的關係。一般複材在高應變速率下呈現高的應變值。

(4) 伸長量：

複合材料在高應變速率下比合金存在較高的伸長量。合金之高應變速率之超塑性是藉由晶粒細化所得，但在複合材料下則是有液相 (liquid phase) 存在之幫助。

(5) 變形機構：

合金及複合材料之變形機構同為晶界滑移伴隨擴散流為補償機構 (grain boundary sliding accommodated by grain boundary diffusion)。

綜觀上述之文獻回顧，發現鎂合金在中溫時都有不錯的伸長量，幾乎都可得到 200% 以上的伸長量。不過在高應變速率時，整個伸長量便下降的很快。我們將一些文獻作簡單整理，如表四、表五便可更瞭解鎂合金及鎂基複合材料目前超塑性發展的情況。

1.6 AZ91 高速及低溫超塑性開發之目的

AZ91 鎂合金是目前最常用也是廉價之商用鎂合金，由於業界所講求的是效率及成本，故提高應變速率和降低溫度是一重要的課題。上述文獻中瞭解當晶粒細化時，便能提高速率及降低溫度，本實驗利用工業界最易接受之簡單之擠型及熱壓延來達到晶粒細化之目的。

1.7 本研究之規劃與分析

本研究之規劃工作將以最廉價之商用 AZ91 鎂鋁合金為主，另選擇性探討 5083 鋁鎂合金比較彼此間之異同性：

- (1) 簡單的加工處理來使得 AZ91 鎂鋁合金材料內部晶粒細化，此有助於機械性質改良，初步構想以擠型和壓延的方式來細化晶粒。擠型溫度為 250~350 °C，而壓延的溫度為 250 °C~350 °C，回爐時間 30~60 分鐘。
- (2) 由文獻得知一般擠型後的材料形狀多為棒狀，這是因為擠型時模具受的阻力很大，車製成圓形模具時可有效的減低模具的損耗，不過這不利於工業界的後續加工。本實驗會嘗試以長方形的模具代替圓形的模具，方便以後直接擠出板材。
- (3) 以不同的擠型比來作比較。

- (4) 加工後的試片用來尋找最佳超塑性條件（應變速率及溫度），測試溫度範圍為 $200\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 350\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，應變速率為 $2\times 10^{-4}\sim 2\times 10^{-2}\text{ s}^{-1}$ 。
- (5) 同類之擠型加工來細化 5083 鋁鎂合金，並了解其低溫超塑性質，以與 AZ91 比較。同樣以類似之分析方法探討 5083 合金之變形機構，並比較與 AZ91 之異同。
- (6) 以拉伸後的數據來作計算，求出 m 值及活化能，用來解釋鎂合金之變形機構。

第二章 實驗方法

2.1 實驗材料

本實驗所使用之材料為鎂合金，鎂合金編號為 AZ91(Mg-9Al-1Zn)，鑄錠材，材料來源主要購自大陸 Nanjing Welbow Metals Corporation，AZ91 鎂合金的成分如表六(a)所示。另一組實驗所使用的材料為中國鋼鐵鋁業公司所提供的 5083 鋁合金，該合金乃經過鑄造與均質化後，再於 520 °C 左右熱壓延所得之厚板材，厚度約 30 mm，其 5083 鋁合金之成分表為表六(b)。

2.2 材料加工製程

原始的鑄錠均需經過熱處理（固溶處理）及熱機處理，而熱機處理包含（擠型與壓延過程）。熱機處理過之材料再經過拉伸性質的測試、顯微結構觀察與分析，便可很完整瞭解鎂合金的特性，以一流程圖如圖四，簡單表示出本研究的基本架構。

2.2.1 固溶處理

因為外購的材料無法掌握其均勻性，便利用熱處理方式達到均勻的效果。把材料置於氣氛爐中升溫至 415 °C 保持兩個小時，之後再做水淬使其材料成分均勻。

2.2.2 熱擠型製程

材料進行擠製加工，其主要的目的是使晶粒細化，內部的空隙度低，增加其機械性質，因為對於超塑性材料內部晶粒越細，有助於降低拉伸時的工作溫度，或提高工作的應變速率。而我們的擠型溫度以 250 °C 350 °C 為主，將鑄材車製成圓柱狀壓型體（直徑為 65 mm），再將材料放置於擠型機前，運用擠型模具噴上氮化硼（BN），使得在擠型時減少材料與模具間的摩擦力。擠製出之材料為長條棒狀其直徑為 10 mm 與 6.5 mm，對應之擠型比（extrusion ratio）分別為 42:1 與 100:1。而另一擠型產品為板材，其擠型比超過 100:1，由於部分結果已在申請專利，故其細節與結果僅能粗略說明，僅此申歉。

擠型比（ER）定義為： $ER=A_0/A_f$ 其不同孔徑的擠型比如下：

$$ER1=(65/2)^2\pi:(10/2)^2\pi=42:1 \quad (\epsilon=3.74) \quad (6)$$

$$ER2=(65/2)^2\pi:(6.5/2)^2\pi=100:1 \quad (\epsilon=4.61) \quad (7)$$

經擠製後的擠型材料其面積縮減率（reduction in area）為：

$$RA1=\{(65/2)^2\pi-(10/2)^2\pi\}/(65/2)^2\pi=97.6\% \quad \text{擠型比為 } 42:1$$

$$RA2=(65^2-6.5^2)/65^2=99.0\% \quad \text{擠型比為 } 100:1$$

本實驗所使用的擠型機為國內功益公司製造，KCAEP-350E 型銅鋁用高溫擠製機。為雙剛橫軸式油壓擠製機，最高出力 350 噸。

2.2.3 滾軋製程

將擠型後的棒材經滾壓（rolling）成厚度為 2 mm 或 1 mm 的薄板，這是因為加工量越大對於晶粒細化有很大的影響，不過因為加工時，容易因為加工硬化而

使的材料裂開。故需做回爐的工作，回爐的溫度和時間便是我們需要考慮的因素。因為溫度太高時便容易晶粒成長，而回爐時間過長也易晶粒成長，這對於超塑性都有不良的效果，且成本太高及時間過長對於業界的效率並不符合。故需尋找最佳的回爐的時間及溫度。

材料經由滾壓降低其厚度，因為加工量的關係，一次壓延量不可超過 10%，每一次壓延過程亦需經多道回爐過程，我們嘗試於 250~350 °C 下，進行 30-60 分鐘的回爐動作。其壓延順序是剛開始將試片置於氣氛爐中加熱至 250~350 °C，便做一道壓延，之後每兩道壓延之間，將試片置於爐中做回爐的動作，重複此步驟一直壓延到厚度為 1~2 mm。

本實驗所採用的壓延機為 HF200x200 可調轉速滾壓機 (rolling machine) 可進行冷、熱滾壓，所採用最大壓延速度為 8.3 m/min。

綜合各種加工方式將所得的材料先簡單的分類：

將所得的 AZ91 鎂合金材料先簡單的分類：

- (1) 原始的鑄造材稱為 Ingot。
- (2) 擠型比為 42 : 1 的棒材稱為 E1。
- (3) 擠型比為 100 : 1 的棒材稱為 E2。
- (4) 擠型比超過 100:1 之板材稱為 E3。
- (5) 擠型比為 100 : 1，再經過壓延厚度為 2 mm 的板材稱為 E2a。
- (6) 擠型比為 100 : 1，再經過壓延厚度為 1 mm 的板材稱為 E2b。
- (7) 擠型比超過 100:1 之板材稱為 E3a，擠型條件與 E3 有些微差異。
- (8) 擠型比超過 100:1 之板材稱為 E3b，擠型條件與 E3 有些微差異。

另外，對照比較組中使用 5083 鋁鎂合金，乃是用擠型比為 100:1，稱此試片

為 5083。綜合以上的工作條件，以表七表示各種加工條件以及不同的製程所得到應變量比較。

2.3 機械性質測試

本實驗所使用的拉伸試片，原始鑄錠材拉伸試片依美國材料試驗學會(ASTM)之規格車製成片狀試片如圖五。取自於加工後的材料，因為有棒材及板材，故車製試片的尺寸規格如圖六、圖七，標距長分別為 8.3 mm 及 5.5 mm，而標距長軸與材料滾壓或擠型的方向平行，另拉伸試驗機為 Instron 5582 型萬能試驗機，該試驗機配有三區加熱高溫爐。速度的控制是以固定夾頭速度法 (constant cross-head speed) 為主，分別進行室溫及中高溫之拉伸。室溫時，測試的應變速率為 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ，主要量測材料室溫的極限拉伸強度與室溫伸長量。而中高溫的測試在 $200 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 以上，分別以 2×10^{-4} 、 8×10^{-4} 、 1×10^{-3} 、 2×10^{-3} 、 8×10^{-3} 與 $2 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 為起始應變速率，所得資料可經由電腦處理後，得到真實應力應變圖 (true stress-strain curve)，應變速率敏感值 (m value)，加工硬化值 (work hardening)，活化能 (activation energy) 等。

因為 AZ91 為析出型鎂合金，將試片作 T6 處理，比較室溫的機械性質，T6 處理的固溶溫度為 $415 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ，2 小時。而時效處理的溫度為 $168 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ，18 小時。

2.4 微觀組織

將鑄錠材經過研磨與拋光，再經過腐蝕 (etching)，而腐蝕液配方為 5 ml 醋酸 (acetic acid) + 95 ml 水 (H_2O)。之後以光學顯微鏡 (optical microscopy, OM) 及

JEOL-JSM6400 掃描式電子顯微鏡 (scanning electron microscopy, SEM) 觀察其晶粒結構。而經過熱擠型及壓延處理後的試片，因受限於 OM 及 SEM 對晶粒的解析，所以我們採用 JEOL 200CX 掃描穿透式電子顯微鏡 (scanning transmission electron microscopy, STEM) 來觀察。而試片則使用電解拋光 (twin-jet) 法來拋光試片，腐蝕液為 3 vol% HNO_3 +97 vol%ethanol 之混合溶液，溫度為 $-40\text{ }^\circ\text{C}$ ，電壓約為 65 V 左右。

2.4.1 溫度及時間對於晶粒的影響

比較熱機處理過之試片，置於拉伸試驗機的加熱爐中，做靜置的時間與晶粒的關係，和相同時間不同溫度的比較。靜置溫度為 $250\text{ }^\circ\text{C}$ 持溫 0、0.5、1、與 1.5 小時及不同靜置溫度分別為 $200\text{ }^\circ\text{C}$ 、 $250\text{ }^\circ\text{C}$ 、 $300\text{ }^\circ\text{C}$ 和 $350\text{ }^\circ\text{C}$ 。利用 SEM 或 STEM 觀察晶粒變化對於超塑性的影響。

2.4.2 破斷面的分析

利用 SEM 觀察拉伸過的試片，分析鎂基與 $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}\beta$ 相之相對關係，經由表面的裂紋判斷破裂的模式。

2.4.3 熱穩定性

對於不同加工量的鎂合金，施以熱分析實驗，來進一步瞭解中低溫($200\text{-}400\text{ }^\circ\text{C}$) 時晶粒演變狀況、回復與再結晶表現，以了解其在該溫度範圍之晶粒組織穩定性。使用熱分析儀(differential scanning calorimeter, DSC)，所有程式將從室溫 $25\text{ }^\circ\text{C}$ 開始，終止於 $650\text{ }^\circ\text{C}$ ，加熱速率為每分鐘 $5\text{-}10\text{ }^\circ\text{C}$ 。實驗時為了避免樣品在高溫下氧化，除了將樣品置於不鏽鋼坩堝中之後再以鎳環密閉外，在升溫前先通入大量高

純度氫氣，以趕走爐內之空氣，在升溫過程中並持續通入少量氫氣(約 10 psi)，既可避免樣品氧化，也可避免通入之氣體影響升溫速度。此實驗的目的在探討本材料之熱穩定性與超塑性質之間的關係。

第三章 結果與討論

3.1 微觀組織

3.1.1 加工前後之晶粒變化

首先將 AZ91D 鎂合金鑄錠作金相分析，由圖八可觀察到鑄錠晶粒大小大約為 125 μm ，而經過不同的熱擠型後的其晶粒大小也有所差異。加工量越大時，其晶粒也越細化，在 E3 時晶粒可細化到約 5 μm 左右，而 E3a 之晶粒可細化到 1~3 μm ，將不同擠型比所對應的晶粒大小以圖九表示之，不過擠型後的試片會因為所取的位置不同而有不同的晶粒大小，其所對應的機械性質也會有一些差異，如圖十所示，E3 的 TEM 圖晶粒大小較 OM 圖大一些，其晶粒大小約為 8~10 μm 左右，綜合以上數據，整理成如表八所示 AZ91 鎂合金晶粒變化。圖十一 (a)(b) 表示 E2 的橫截面和縱截面的 OM 圖，橫截面晶粒較縱截面晶粒小，但差異並沒有很大。由圖觀察到晶界呈現低角度晶界，但是 E2a 及 E2b 的晶粒大小分別為 13.5 μm 、15.5 μm ，並沒有因為加工量增加而有更細化的現象，原因歸咎於壓延後的製程退火溫度太高，會使的晶粒再度粗大化，而製程退火溫度太低時則試片很容易破裂，故擠型後再加滾壓多道程序，對較脆化之鎂合金而言，並沒有很符合我們晶粒細化的目的。

3.1.2 晶粒對時間及溫度的影響

熱擠型後 E2 試片置於加熱爐中加熱至 250 $^{\circ}\text{C}$ (升溫過程約 60 分鐘)，則晶粒

呈現較完整的輪廓晶粒尺寸大約為 $5.2\ \mu\text{m}$ ，另外；將 E2 試片同樣加熱至 $250\ ^\circ\text{C}$ ，然後再分別維持 0、30、60 及 90 分鐘如圖十二 (a)(b)(c)(d) 所示，以觀察靜態加溫對晶粒結構的影響，隨著靜置時間的增長，晶粒結構逐漸轉換為晶粒較清楚的結構與晶界，而經過 90 分鐘的靜置後，晶粒尺寸沒有很大的改變，將數據整理成表九所示，AZ91-E2 試片靜態退火時間及溫度對晶粒的影響。以圖十三表示時間對晶粒尺寸的影響。由圖得知，該材料於 $250\ ^\circ\text{C}$ ，在未施加任何荷重下，晶粒結構仍然相當穩定。從上述情況看來，AZ91 鎂合金若在適當的溫度，如 $250\ ^\circ\text{C}$ ，及未施力應力情況下，其晶粒結構似乎對時間不是很敏感。然而該合金對於溫度卻是相當的敏感。E2 試片同樣花 60 分鐘升溫至 200 、 250 、 300 及 $350\ ^\circ\text{C}$ 再保持 30 分鐘，如圖十四 (a)(b)(c)(d) 所示，晶粒大小分別為 $5.2\ \mu\text{m}$ 、 $5.3\ \mu\text{m}$ 、 $6.3\ \mu\text{m}$ 及 $10.5\ \mu\text{m}$ 。觀察到當溫度升高到超過 $300\ ^\circ\text{C}$ 以上時，晶粒有明顯的粗大化，如圖十五所示。晶粒粗大的現象對於低溫超塑性會有不良的影響。

3.1.3 拉伸後的晶粒變化

E2 試片在 $1 \times 10^{-3}\ \text{s}^{-1}$ 和 $250\ ^\circ\text{C}$ 的拉伸條件下進行拉伸，拉伸後的斷口處作金相觀察，發現晶粒有細化的現象，晶粒細化主要的原因可能是因為動態連續再結晶。文獻[40][41]也發現鎂合金有動態再結晶的現象這有助於晶粒細化或者改善其延展性。而文獻也提到 AZ31 鎂合金的再結晶溫度大約在 $300\ ^\circ\text{C}$ 左右，稍後也會以熱分析的數據，來說明 AZ91 鎂合金在不同加工方式下所得到的靜態再結晶溫度。拉伸完後的試片觀察其斷面，圖十六、十七分別為 E2 試片在 $1 \times 10^{-3}\ \text{s}^{-1}$ 與 $250\ ^\circ\text{C}$ 的測試條件下 SEM 及 OM 的晶粒結構，發現兩者晶粒大小差不多約為 $3\ \mu\text{m}$ ，且斷面呈現許多完整之晶界，許多一顆顆細晶粒暴露出來，間接顯示該溫度曾大量晶界滑移，最後於晶界面產生裂口而呈沿晶斷裂。

再以 E2a 的試片在 $1 \times 10^{-3}\ \text{s}^{-1}$ 與 $200\ ^\circ\text{C}$ 及 $250\ ^\circ\text{C}$ 觀察其不同溫度下破斷面如圖

十八(a)(b)所示，發現在 200 °C 下的測試條件並沒有晶界滑移的現象，而只呈現塑性的微渦(dimple)組織，但在 250 °C 時便有晶粒滑移的現象產生，晶粒也約為 3 μm，而 E2a 在拉伸前晶粒為 13.5 μm 如圖十九所示，因此可知有明顯之動態再結晶促成晶粒細化，對超塑性而言，250 °C 的工作環境顯現會得到比較好的伸長量。

3.2 機性測試結果

3.2.1 室溫之機械性質

加工前後的鎂合金車製成拉伸試片，來了解原始材料和加工後材料的機械性質，將試片在同樣的拉伸條件下進行拉伸，將所得數據整理成表十，可以發現到加工後的抗拉強度 (UTS) 增加了許多，從 145 MPa 增加到 320 MPa 以上這是因為材料加工硬化的原因。由於 AZ91 為析出型的鎂合金，為了解材料性質，故將 Ingot 及 E2 作 T6 處理，分析析出物對拉伸強度的影響，T6 處理的條件，於氣氛爐內恆溫 415 °C，2 小時後水淬，再作時效處理，時效條件為 168 °C，18 小時。經過室溫拉伸後可以得到如表十一。由實驗數據知道經過 T6 處理的機械拉伸性質有明顯的變高。將資料以工程應力應變圖如圖二十，便可清晰比較出 T6 處理後的室溫機械性質。

3.2.2 試片受應變速率、溫度與時間之影響

將 E2 試片作中高溫的拉伸測試，其拉伸溫度為 200、250 及 300 °C，而應變速率為 2×10^{-4} 、 8×10^{-4} 、 1×10^{-3} 、 2×10^{-3} 及 $8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ，其不同測試條件所對應的機械性質，簡單的以表十二(a)(b)(c)來表示。利用電腦軟體的換算可以得到 E2

的真實應力應變圖，如圖二十一 (a)(b)(c) 所示。由圖觀察到當測試溫度越高時，所對應的真實應力越小，而測試的應變速率越快時，所對應的真實應力也越大，而在 250 °C 與 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 的應變速率下，可得到不錯的伸長量 300%，此為典型的低溫超塑性，如圖二十二 (a)(b)(c) 分別為 200、250 及 300 °C 測試後的外觀圖，發現在測試範圍內溫度較高或者應變速率較慢時，呈現均勻變形，反之，則呈現局部的頸縮現象。由此可推斷不同的測試環境所表現的變形機構是不同的。這也可由前面的破斷面微結構說明，在 200 和 300 °C 所表現出的變形機構也應該有所不一樣。

5083 試片作中高溫的拉伸測試，其拉伸溫度為 200、250 及 300 °C，而應變速率為 2×10^{-4} 、 1×10^{-3} 及 $8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ，其不同測試條件所對應的機械性質，簡單的以表十三 (a)(b)(c) 來表示。由真實應力應變圖如圖二十三，觀察到當測試溫度越高時，所對應的真實應力越小，而測試的應變速率越快時，所對應的真實應力也越大，這和 E2 試片有同樣的現象。而在 250 °C 與 $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 的應變速率下，可得到 200% 的伸長量，如圖二十四 (a)(b)(c) 分別 5083 試片在 200、250 及 300 °C 測試後的外觀圖，發現在測試範圍內溫度較高或者應變速率較慢時，呈現均勻變形，反之，則呈現局部的頸縮現象。

綜合以上資料，發現 AZ91 鎂合金和 5083 鋁合金在該溫度及應變速率區間，有一些相似的現象，但也有一些不同的表現。如圖二十五(a)(b)所示，E2 及 5083 試片，抗拉強度與伸長量對拉伸溫度的關係圖。大致上，同樣一道簡單 100:1 擠型製程下，AZ91-E2 試片會呈現比 5083 試片高約 100% 之低溫超塑性伸長量，且 AZ91 之應力也比 5083 低約 50 MPa，兩種 100:1 之擠型，材料都在 250 °C 左右有比較好的伸長量。圖二十六 E2 及 5083 之(a)抗拉強度，(b)伸長量對拉伸速率的關係圖，AZ91-E2 及 5083 試片之 UTS 會隨著拉伸速率增加而變大，在較低的拉伸速率下也呈現較好的伸長量。

從 AZ91 鎂合金及 5083 鋁合金[42]的晶粒成長對溫度關係。看出這兩種材料在 250 °C 以上便會有晶粒粗大的現象產生，這對於超塑性會有較不良的效果。故也印證這兩種 100:1 之擠型材料在 250 °C 時會有較好的超塑性。

由本實驗室蕭一清學長的博士論文[42]，可以看出 5083 鋁合金在不同的熱加工處理方式，如以前使用之滾壓式 TMT 與現在使用之擠型式，整體的機械性質及超塑性範圍是很類似的。如比較 5083 材料在蕭一清博士[42]先前的熱機處理，即試片 TMT3，其所使用的加工條件是由 30 mm 溫壓延至 1 mm，並且每兩道壓延之間 200 °C 製程退火一次，時間約 30 分鐘，其總壓延量為 96.67%，真實應變量為 3.4。將所得的結果整理成圖二十七(a)(b)，由圖中可以觀察先前之 5083-TMT3 的 UTS 比現在之擠型 5083 約小 10 MPa 左右，不過當溫度超過 300 °C 時，5083-TMT3 的 UTS 便比 5083 一擠型材高，這是因為 TMT3 在該溫度時，晶粒便明顯成長所導致。就伸長量而言，5083-TMT3 明顯比 5083 一擠型材好，這是因為兩種加工溫度不同，5083 的擠型溫度較高為 300 °C，所以加工後的晶粒也相對的較大，且擠型材乃一次施予 100:1 之高擠型量，而 TMT3 仍不斷使用滾壓與退火使晶界性質更好。圖二十八 5083 在不同加工條件之(a)抗拉強度，(b)伸長量對拉伸溫度的關係圖，圖中可以觀察先前之 5083-TMT3 的 UTS 比現在之擠型 5083 約小 10~20 MPa 左右，UTS 隨拉伸速率的下降而下降，就伸長量而言，在實驗範圍的任何拉伸速率下，5083-TMT3 明顯比 508 一擠型材好，這也是因為兩種加工溫度不同所導致。

3.2.3 不同加工量試片之比較

3.2.3.1 熱擠型加工

E1、E2、E3 試片均是熱擠型溫度為 300 ± 10 °C，只是加工量的差異，將 E1、E3、作中高溫的拉伸測試，其拉伸溫度為 200 °C、250 °C 及 300 °C，而應變速率

為 2×10^{-4} 、 1×10^{-3} 、 8×10^{-3} 及 $2 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ，其不同測試條件所對應的機械性質，簡單的以表十四(a)(b)(c)及表十五(a)(b)(c)，來表示 E1 及 E3 在 200°C 、 250°C 及 300°C 之拉伸特性。綜合上述的數據，整理如圖二十九在 250°C 不同應變速率下，不同加工量所對應的抗拉強度，圖三十在 250°C 不同應變速率下，不同加工量所對應的伸長量，觀察到加工量越大時，其所對應的抗拉強度越小，而且拉伸的溫度增加時，抗拉強度也隨之變小，這是因為加工量大時所造成的晶粒較小故在進行晶粒滑移時較容易，應變速率在小於 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 時，都有不錯的超塑性。

3.2.3.2 熱擠型加工+熱壓延加工

E2a 及 E2b 均為 E2 擠型後再施予熱壓延製程，如圖三十一所示，為擠型後的棒材經過不適當的溫度壓延。從圖形中發現試片會有 45° 角的斷裂，這造成壓延試片製造的困難性增加。當製程退火溫度提高後便可較容易進行壓延，不過觀察微觀組織後，發現該組試片晶粒明顯的粗大化，E2a 及 E2b 晶粒大小分別為 $13.5 \mu\text{m}$ 和 $15.5 \mu\text{m}$ 左右，之後將該兩種試片作中高溫拉伸測試，其拉伸溫度為 200°C 及 250°C ，而應變速率為 2×10^{-4} 、 1×10^{-3} 及 8×10^{-3} 。數據整理成圖三十二及圖三十三所示，分別代表兩試片在 250°C 時之 UTS 和伸長量對應變速率作圖。由圖中觀察到 E2a 的整體機械性質優於 E2b，這是因為多次的加工製程退火反促使了 E2b 的晶粒成長，所以使得其 UTS 更加提高而伸長量更加下降，就整體而言這並不是很好的加工方式。

3.2.3.3 E3 試片加工條件改變

E3 本身加工困難度便高於其他加工方式，稍微改變一點加工條件便會使的結果有很大的不同，暫分成 E3，E3a 及 E3b 三類，後兩者是針對速度及溫度不同所分類。選擇在 300°C ， $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 及 $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 為拉伸範圍比較其中的差異性。以圖三

十四(a)(b)所示，代表在不同加工條件下的機械性質，由數據可觀察出加工條件有些改變的話，便會使機械性質差異很大。如圖三十五為 E3a 試片在 300 °C， $8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 和 $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 拉伸後的外觀圖，發現該試片並沒有局部頸縮的現象，故精確地控制該加工條件有助於鎂合金材料發揮最佳特性，圖三十六(a)(b)分別表示 E1、E2、E3 及 E3a 試片在 250 °C 和 300 °C， $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 之拉伸條件下所對應的 UTS，由數據可清楚的發現當加工量愈大時，UTS 明顯的下降而且如 E3a 下便又能有效地使 UTS 降低。圖三十七(a)(b)分別表示 E1、E2、E3 及 E3a 試片在 250 °C 和 300 °C， $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 及 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 之拉伸條件下所對應的伸長量，由數據可清楚的發現當加工量愈大時，伸長量明顯的增加，而且如 E3a 條件下便又能有效的使伸長量大於 1000% 以上，由於此部分結果已在申請專利故暫不多作說明。

3.2.4 退火後之機械性質

嘗試將不同加工量的試片施以退火處理，觀察在各種不同退火條件下所得到的拉伸性質。在 250 °C 及 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 拉伸條件，E1、E2 和 E3b 置於 150、200 和 250 °C，1 小時所得結果如圖三十八所示。發現 E2 經過退火處理後，抗拉強度有增加的情況，這是因為晶粒有些許的成長，造成晶界滑移較不易，而 E1 則本身在擠型後已有約 10.5 μm 之晶粒，故靜置 1 小時影響不大。

就伸長量而言，E1 在 150~250 °C，1 小時的退火範圍，伸長量並沒有很大的改變，E2 經退火後於 250 °C 及 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 時拉伸後的結果，以圖三十九(a)(b)表示，可以看出 E2 經過退火後的伸長量有變小的趨勢，這可能與退火過程消除了部分的應變能，而動的動態再結晶的趨動力減小，所以在拉伸過程中細化晶粒的效果便相對減少。不過在退火溫度及退火時間配合得宜的話，如在 250 °C 退火 1 小時或在 150 °C 退火四小時，依然可得到超過 300% 以上的伸長量。

3.3 熱分析

E1、E2 和 E3 三種不同加工方式的試片，進行熱分析的實驗。加熱速率為 10 °C/min，如圖四十所示，發現加工量越大的試片，其再結晶溫度的起始點越向低溫開始，E3 在大約 220 °C 時便開始有再結晶現象產生到約 300 °C，E2 則為 270 °C 左右開始到約 330 °C，而 E1 則需要 310 °C 以上才會開始到約 340 °C。

從圖中可以看出，E3 之放熱峰較大，E1 最小，表示加工量大之 E3 試片，在 10 °C/min 之升溫中，再結晶動力最大。而從熱分析的數據中也顯示良好的拉伸條件大約是在再結晶的溫度範圍內，這是因為在明顯超過再結晶溫度時，拉伸晶粒會粗大化，而在再結晶溫度以下時，則不易進行晶粒滑移，故會對低溫超塑性有不良的影響。

第四章 數據分析

4.1 AZ91-E2 試片變形機構分析

一般所探討之中高溫變形機構，主要有三種，第一種為晶界滑移，並伴隨一些應變之補償機構，而其應變速率敏感值 m 約為 0.5 左右 (即 $n=1/m=2$)，並與晶粒尺寸有明顯之關係，如下列式子所示其應變速率控制方程式，

$$\dot{\epsilon} = A \frac{Eb}{kT} D_{eff} \left(\frac{b}{d} \right)^p \left(\frac{\sigma - \sigma_{th}}{E} \right)^2 \quad (9)$$

其中 A 乃與晶界結構有關之常數； k 為 Boltzmann's constant； D_{eff} 為有效之擴散係數 (effective diffusivity)，可能包括晶格擴散 D_l 、晶界擴散 D_{gb} 或差排核擴散 D_c ； d 為晶粒尺寸； p 為晶粒尺寸指數 (約 2 ~ 3)， σ_{th} 為初始應力值 (threshold stress)。第二種可能之變形機構為 power law dislocation creep，其應變速率敏感值 m 約為 0.2 左右 (m 介於 0.125 到 0.25 之間，即 $n = 4 \sim 8$ 之間)，與晶粒尺寸無關，如下列式子所示其應變速率控制方程式，

$$\dot{\epsilon} = B \frac{Eb}{kT} D_{eff} \left(\frac{\sigma - \sigma_{th}}{E} \right)^5 \quad (10)$$

其中 B 乃是一與差排潛變有關之係數。第三種可能之變形機構為溶質拖曳型之差排潛變，其應變速率敏感值約為 0.33 左右 (即 $n = 3$)，並亦與晶粒尺寸無關，如下列式子所示其應變速率控制方程式，

$$\dot{\epsilon} = C \frac{kT}{E} D_s \left(\frac{\sigma}{E} \right)^3 \quad (11)$$

其中 D_s 為溶質原子在基材中之擴散係數。

從 E2 之拉伸數據可發現，在 250~300 °C 時，均能呈現出良好之超塑性，而介於 200 到 250 °C 之間，伸長量明顯降低許多，且從晶粒成長分析結果發現，在低於 300 °C 時，AZ91 鎂合金之晶粒結構可說是相當的穩定，不管是恆溫靜置或動態的拉伸，晶粒尺寸均約維持在 6 μm 左右，甚至因動態再結晶，晶粒還會細化到 3 μm，而當溫度達 300 °C 以上時，由於部分靜態或動態再結晶以及晶粒成長之發生更為明顯，造成此時晶粒尺寸粗大之現象，以下我們將嘗試在 200 ~ 300 °C，該溫度區間探討其變形機構為何，以及造成伸長量優劣之主要因素。

4.1.1 表面應變速率敏感值 (Apparent strain rate sensitivity, m_a)

如表十六所示，乃為 E2 試片在 200 ~ 300 °C 之溫度區間下， $2 \times 10^{-4} \sim 2 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 之起始應變速率下進行拉伸實驗。各不同的應變下所對應的應變速率敏感值，擷取真實應變值為 0.3 位置之流應力值來計算該溫度之 m_a 值，根據第(2)式對 m 值之定義，以應力值對應變速率作雙對數曲線圖，其斜率即為各個溫度之表面應變速率敏感值，如圖四十一所示，三組曲線之斜率乃分別為 200、250 及 300 °C 之 m_a 值，從圖上可看出，250 及 300 °C 之 m_a 值是很接近的約為 0.3 左右，然而，200 °C 之 m_a 值，相對的就明顯偏低，約只有 0.2 左右。

4.1.2 表面活化能 (Apparent activation energy, Q_a)

當材料發生潛變或超塑變形時，由於晶界滑移或其它變形機構，而需要一些補償機構，其中包括差排滑移或差排爬升、原子晶格擴散或晶界擴散等，均可能是控制整個變形過程之速率控制(rate controlling)因素。而應變速率與溫度的關係，可由 power law creep 速率控制方程式來加以說明。

$$\dot{\epsilon} = A' \dot{\epsilon}^n \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (12)$$

其中， A' 為一係數， σ 為應力值， n 為應力指數， Q 為活化能， R 為氣體常數，而 T 為絕對溫度。將方程式兩邊分別取自然對數後偏微分，可得一表面活化能：

$$Q_a = -R \frac{\partial(\ln \dot{\epsilon})}{\partial(\frac{1}{T})} \Big|_s \quad (13-a)$$

或

$$Q_a = nR \frac{\partial(\ln \dot{\epsilon})}{\partial(\frac{1}{T})} \Big|_{\dot{\epsilon}} \quad (13-b)$$

因此，可從(13-a)及(13-b)兩式中，分別計算出表面活化能。在(13-a)式中，乃在固定應力值的條件下，以 $\ln \dot{\epsilon}$ 對 $1000/RT$ 作圖，而其斜率即為 Q_a 值；而在(13-b)式中，在固定應變速率的條件下，以 $\ln \dot{\epsilon}$ 對 $1/RT$ 作圖，所得斜率在乘上應力指數後，即為 Q_a 值。因此，透過這兩種方法，對於所算得之值，可互相驗證 Q_a 值及所乘上之應力指數是否正確。

如圖四十二(a)所示，乃固定應力值為 90 MPa 的條件下，以 $\ln \dot{\epsilon}$ 對 $1000/RT$ 作圖，所得斜率約為 98.7，也就是說，在 200 ~ 300 °C 之溫度區間下，其 Q_a 值約為 98.7 kJ/mole；另外，在固定應變速率為 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 的條件下，以 $\ln \dot{\epsilon}$ 對 $1000/RT$ 作圖，所得斜率約為 29.28，如圖四十二(b)所示，而欲求 Q_a 值，需再乘上應力指數，而我們所算得 200 ~ 300 °C 之 m_a 值，分別為 0.2 及 0.3，在此我們乃取一大約 m_a 值 (約 0.27) 帶入計算，所得 Q_a 值約為 108.4 kJ/mole。因此，透過兩種方式所算得之 Q_a 值是很接近的，約為 105 kJ/mole。不過此值尚未考慮初始應力值之修正，故此值不具特別之意義，但仍可看出，在該溫度區間，材料在變形時，仍可能透過某種擴散之途徑來進行。

4.1.3 初始應力值 (Threshold stress, σ_{th}) 與真實應變速率敏感值 (m_t)

初始應力值(σ_{th})乃指材料在中高溫發生潛變或超塑變形時，所需最小應力值，而初始應力值將隨溫度之上升而下降。在讀取初始應力值的作法上，乃分別將不

同之應變速率敏感值或應力指數帶入 $\dot{\epsilon}^m$ 或 $\dot{\epsilon}^{1/n}$ ，並以 $\dot{\epsilon}^m$ 或 $\dot{\epsilon}^{1/n}$ 對 σ 作圖，若所帶入之應變速率敏感值能得到最佳之線性關係，則稱此應變速率敏感值為真實應變速率敏感值，並從此線性關係延伸至 $\dot{\epsilon}^m$ 或 $\dot{\epsilon}^{1/n}$ 為零之 σ 值，此交點即為初始應力值。

因此，將 n 等於 2、2.5 及 3 分別帶入 $\dot{\epsilon}^{1/n}$ 對 σ 作圖，並選取合理且最佳線性關係之精確度之圖形。從拉伸實驗結果來看，在 200 °C 時，伸長量明顯降低許多，而在探討變形機構時，一般是考慮可能是相同變形機構之溫度範圍，才一起列入計算，而從 200 °C 之拉伸表現，顯然是有異於 250 及 300 °C，特別是高應變速率，故在作圖時，不將 200 °C 之 $2 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 之數據列入計算。如圖四十三所示，分別為 n 等於 2、2.5 及 3 時， $\dot{\epsilon}^{1/n}$ 對 σ 所作之圖，所得初始應力值及精確度，如表十七所示，相較之下， n 等於 2.5 是較合理的，因 σ_{th} 不會為負值，且當 $n=2.5$ 時 R 值較高，也就是真實應變速率敏感值約為 0.4，乃介於晶界滑移($n=2$)及溶質拖曳潛變($n=3$)之間。而此時之初始應力值在 200、250 及 300 °C，分別為 60.75、18.49、6.6 MPa。而根據 Park 及 Mohamed [43] 所提出有關表面應力指數(n_a)及真實應力指數(n_t) 與真實應力 (σ) 及有效應力 ($\sigma - \sigma_{th}$) 之關係，如下列式子所示，

$$\frac{n_a}{n_t} = \frac{S}{S - S_{th}} \quad (14-a)$$

或
$$\frac{m_t}{m_a} = \frac{S}{S - S_{th}} \quad (14-b)$$

透過 (14-b) 式，將可驗證我們所求得的 m_t 是否正確。在 250 °C 及 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ，真實應變為 0.3 時，真實應力 σ 為 67.5 MPa，有效應力 $\sigma - \sigma_{th}$ 為 48.5 MPa，因此， $\frac{m_t}{m_a}$ 約為 1.48 左右，而 $\frac{S}{S - S_{th}}$ 亦約為 1.4，故所求得的 m_t 值應是在合理範圍內。

4.1.4 真實活化能(True activation energy, Q_t)

在獲得各溫度之初始應力值後，便可將所擷取之流應力值減去初始應力值，

即得到有效應力值 (effective flow stress)。此時，以有效應力值對 $\dot{\epsilon}$ 作圖，如圖四十四所示。而在考慮初始應力值後，(12) 式可重新以下列式來表示。

$$\dot{\epsilon} = A'(\mathbf{s} - \mathbf{s}_{th})^n \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (15)$$

同樣的，(13-a) 及 (13-b) 亦重新以下列兩式來表示：

$$Q_t = -R \frac{\partial(\ln \dot{\epsilon})}{\partial\left(\frac{1}{T}\right)} \Big|_{\mathbf{s} - \mathbf{s}_{th}} \quad (16-a)$$

$$Q_t = nR \frac{\partial[\ln(\mathbf{s} - \mathbf{s}_{th})]}{\partial\left(\frac{1}{T}\right)} \Big|_{\dot{\epsilon}} \quad (16-b)$$

因此，利用 (16-a) 式，在固定 $(\mathbf{s} - \mathbf{s}_{th})$ 為 30 MPa 的條件下，以 $\ln \dot{\epsilon}$ 對 $1000/RT$ 作圖，所得斜率約為 32.7，如圖四十五(a)所示，即所得之真實活化能約為 32.7 kJ/mole；而利用(16-b)式，在固定 $\dot{\epsilon}$ 為 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 時，從 $\ln(\mathbf{s} - \mathbf{s}_{th})$ 對 $1000/RT$ 所作之圖，可得斜率為 17.5，如圖四十五(b)所示，故除上 $m_t(0.5)$ 後，可得真實活化能約為 35 kJ/mole。從兩式所得之活化能亦很接近，不過 AZ91-E2 鎂合金計算後的真實活化能 $Q_t=35 \text{ kJ/mole}$ 似乎不對應任何應變速率控制之擴散步驟，一般而言，鎂合金如晶格擴散之活化能(135 kJ/mole)和晶界擴散之活化能(92 kJ/mole)[44]，故詳細細節及討論，有待以後研究。

4.2 5083 試片變形機構分析

4.2.1 表面應變速率敏感值

將 5083 試片於 200、250 及 300 °C 時，和在 $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1} \sim 8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 之條件下，所取真實應變為 0.3 之真實應力值。如圖四十六所示，為 5083 試片於 200、250 及 300 °C 之流應力與流應變速率之關係圖，其斜率即為各溫度之 m_a 值，從圖上可發

現，5083 試片所表現之 m_a 值都不高，大約接近 0.21 以上。然而，200 °C 之 m_a 值，相對的就明顯偏低，約只有 0.15 左右，這些 m_a 值均低於 AZ91-E2 試片，與 5083 較低之超塑性表現是相合的。

4.2.2 表面活化能 (Apparent activation energy, Q_a)

同樣以(13-a)及(13-b)兩式來求得此溫度區間之 Q_a 值。如圖四十七(a)所示，乃在固定應力值為 200 MPa 的條件下，以 $\ln \dot{\epsilon}$ 對 $1000/RT$ 作圖，而其 Q_a 值為 97.64 kJ/mole；而在固定應變速率為 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 的條件下如圖四十七(b)所示，以 $\ln \dot{\epsilon}$ 對 $1000/RT$ 作圖，所得斜率為 24.4 在以 $m_a=0.21$ 帶入計算後，即 Q_a 值為 115.2 kJ/mole。

4.2.3 初始應力值 (Threshold stress, σ_{th}) 與真實應變速率敏感值 (m_t)

如圖四十八所示，分別為 n 等於 3、3.5 及 4 時， $\dot{\epsilon}^{1/n}$ 對 σ 所作之圖，所得初始應力值及精確度，如表十八所示，顯然， n 等於 3.5 是較合理的，也就是真實應變速率敏感值約為 0.29，接近以溶質拖曳潛變($n=3$)為主之機構。而此時之初始應力值在 200、250 及 300 °C，分別為 104.2、29.4、7.9 MPa，此三 σ_{th} 值皆高於 AZ91-E2 試片。獲得各溫度之初始應力值後，將所擷取之流應力值減去初始應力值，即得到有效應力值。此時，以有效應力值對 $\dot{\epsilon}$ 作圖，如圖四十九所示，

4.2.4 真實活化能(True activation energy, Q_t)

在獲得各溫度之初始應力值後，將所擷取之流應力值減去初始應力值，以有效應力值對 $\dot{\epsilon}$ 作圖，如圖五十(a)所示。而在考慮初始應力值後，(12) 式可重新以下列式來表示。因此，利用 (16-a) 式，在固定 $(\sigma - \sigma_{th})$ 為 100 MPa 的條件下，以 $\ln \dot{\epsilon}$

對 $1000/RT$ 作圖，所得之真實活化能約為 35.4 kJ/mole；如圖四十九(a) 所示，即而利用 (16-b) 式，在固定 $\dot{\epsilon}$ 為 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 時，從 $\ln(s - s_{th})$ 對 $1000/RT$ 所作之圖，可得斜率為 9.95，如圖五十(b) 所示，故除上 m_t (0.3) 後，可得真實活化能約為 33.2 kJ/mole。從兩式所得之活化能亦很接近，不過 5083 鋁合金計算後的真實活化能 $Q_t=33.2 \text{ kJ/mole}$ 似乎不對應任何的應變速率控制之擴散步驟，一般而言，鋁合金如晶格擴散之活化能(142 kJ/mole)、晶界擴散之活化能(84 kJ/mole)及差排管擴散之活化能(82 kJ/mole)[44]，故詳細細節及討論，也有待以後研究。

4.3 AZ91-E3 試片變形機構

將 E3，E3a 及 E3b 三類，選擇在 $300 \text{ }^\circ\text{C}$ ， $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ - $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 之條件下，所取真實應變為 0.3 之真實應力值。如圖五十一所示為 E3，E3a 及 E3b 試片於 $300 \text{ }^\circ\text{C}$ 之流應力與流應變速率之關係圖，其斜率分別為 0.64、0.51 及 0.45。均明顯高於 E2 試片，這也表示這三組試片在該拉伸條件下，變形機構以晶界滑移為主，不過由於 E3 不少數據不便在此刊出，故不作深入機構分析。

4.4 兩材料可能之變形機構

計算 AZ91 鎂合金與 5083 鋁合金在 $200\text{-}300 \text{ }^\circ\text{C}$ 溫度範圍，其真實應變速率敏感值分別為 0.5 及 0.3，這所代表的變形機構，可能為晶界滑移和溶質拖曳潛變。不過因為鎂合金在計算應變速率敏感值會因為所取的拉伸條件範圍不同而有很大的差異，這也代表在某溫度或拉伸速率區間，所對應的變形機構有很大的不同，在本論文 E2 和 5083 之計算，便可能因所取的溫度及拉伸速率太大而導致數據無法很精確的對應到該材料的變形機構。

另外也觀察到對 5083 而言，不同的加工條件所計算的真實應變敏感值也相當接近，就多道滾壓所製成之 TMT3 試片和本實驗使用一道擠型的 5083 試片，其加工方式差別很大，但 m_t 大約均為 0.3，這意味對 5083 鋁合金，其加工方式並不明顯影響材料的變形機構。

第五章 結論

1. 本實驗所使用的 AZ91 鎂合金及 5083 鎂合金經過熱加工處理後，晶粒尺寸都有明顯的細化。
2. 單一熱擠型後的鎂合金，隨者加工量的增加，晶粒尺寸越細化，對於超塑性有良好的影響。但鎂合金二次滾壓加工後並沒有隨者加工量的提高，而有晶粒細化的現象，這是因為壓延的製程中施加退火促使晶粒有成長的效應。
3. AZ91 鎂合金在作中低溫拉伸時，內部晶粒有細化的現象，這是因為動態再結晶所產生的效果。
4. AZ91-E2 鎂合金和 5083 鋁合金經 100:1 擠型後，在 250~300 °C 溫度範圍間，都有較好的超塑性。在 $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 及 250 °C 的拉伸條件下，其伸長量分別為 460% 及 200%。這是因為該溫度下，變形機構較容易進行而且晶粒也較不容易成長。
5. AZ91-E3a 試片，經較高擠型比後，在 300 °C 與 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 附近可以呈現約 1200% 上下的優異低溫超塑性。
6. 5083 鋁合金在滾壓製程之 TMT3 試片及單次 100:1 擠型製程之試片中，真實應變速率敏感值 m_t 並不會因為加工條件的不同而有所明顯變化，均為 0.3 上下。
7. AZ91-E2 及 5083 試片的 Q_a 值分別為 98 kJ/mole 和 97 kJ/mole，我們認為在實驗範圍這兩種活化能較接近晶界擴散。真實應變速率敏感值 m_t 分別為 0.5 及 0.3 上下，意味 AZ91-E2 試片之變形機構以晶粒滑移為主，而 5083 試片則主要為溶質拖曳潛變。不過 Q_t 值便似乎不對應任何應變速率控制之擴散步驟。這可能是我們所取的溫度及應變速率範圍太大所導致的，其真正原因有待以後的研究。

第六章 參考文獻

- [1] S. Hori, M. Tokizane and N. Furushiro, Superplasticity in Advanced Materials.
The Japan Society of Research on Superplasticity, Osaka Japan, (1991).
- [2] H. Chokshi, A. K. Mukherjee and T. G. Langdon, Mater. Sci. Eng., R10 (1993) p.
1.
- [3] T. G. Nieh, J. Wadsworth and O. D. Sherby, in Superplasticity in Metals and
Ceramics, (1997).
- [4] M. Kawazoe, T. Shibata, T. Mukai and K. Higashi, Scripta Mater., 36 (1997)
p. 699.
- [5] J. W. Edington, Metall. Trans. A, 13A (1982) p. 703.
- [6] O. D. Sherby and J. Wadsworth, Prog. Mater. Sci., 33 (1989) p. 169.
- [7] O. D. Sherby and J. Wadsworth, in Deformation, Processing and Structure, ed. G.
Krauss, ASM, Metal Park, Ohio, (1984) p. 355.
- [8] R. W. Cahn, P. Haasen and E. J. Kramer, Materials Science and Technology,
Structure and Properties of Nonferrous Alloys, 8 (1996) p. 131.
- [9] 林景扶 , 工業材料 , 152 期 , (1999) p. 81.
- [10] 楊智超 , 工業材料 , 152 期 , (1999) p. 72.
- [11] S. Spigarelli, Scripta Mater., 42 (2000) p. 397.
- [12] 王建義 , 工業材料 , 170 期 , (2001) p. 132.
- [13] T. Narutani and J. Takamura, Acta Mater., 39 (1991) p. 2037.
- [14] D. Lahaie, J. D. Embury, M. M. Chadwick and G. T. Gray, Scripta Mater., 27
(1992) p. 139.
- [15] G. Nussbaum, P. Sainfort and G. Regazzoni , Scripta Mater., 23 (1989) p. 1079.

- [16] T. M. Yue, H. U. Ha and N. J. Musson, *J. Mater. Sci.*, 30 (1995) p. 2277.
- [17] M. Mabuchi, T. Asahina, H. Iwasaki and K. Higashi, *Mater. Sci. Tech.*, 13 (1997) p. 825.
- [18] J. Kaneko, M. Sugamata and N. Hisata, *Mater. Sci. Forum*, 304-306 (1999) p. 85.
- [19] J. K. Solberg, J. Torklep, O. Bauger and H. Gjestland, *Mater. Sci. Eng.*, A134 (1991) p. 1201.
- [20] Y. Liu, X. Wu, Z. Li and Y. Xu, in *Proceedings of International Symposium on Materials Science and Technology*, 1 (2000) p. 127.
- [21] M. Mabuchi, H. Iwasaki, K. Yanase and K. Higashi, *Scripta Mater.*, 36 (1997) p. 681.
- [22] V. M. Segal, *Mater. Sci. Eng.*, A197, (1995) p. 157.
- [23] M. Mabuchi, K. Ametama, Iwasaki and K. Higashi, *Acta mater.*, 47 (1999) p. 2047.
- [24] D. M. Lee, B. K. Suh, B. G. Kim, J. S. Lee and C. H. Lee, *Mater. Sci. Tech.*, 13 (1997) p. 590.
- [25] M. Mabuchi, K. Kubota and K. Higashi, *Mater. Trans., JIM*, 36 (1995) p. 1249.
- [26] T. Mukai, T. G. Nieh, H. Iwasaki and K. Higashi, *Mater. Sci. Tech.*, 14 (1998) p. 32.
- [27] Y. Z. Lu, Q. D. Wang, W. J. Ding, X. Q. Zeng and Y. P. Zhu, *Mater. Letters*, 44 (2000) p. 265.
- [28] R. E. Reed-Hill, *Physical Metallurgy Principles*, PWS publishing company, Boston, America (1994) p. 729.
- [29] T. G. Nieh and J. Wadsworth, *Scripta Mater.*, 32 (1995) p. 1133.
- [30] T. G. Nieh, A. J. Schwartz and J. Wadsworth, *Mater. Sci. Eng.*, A208 (1996) p. 30.
- [31] S. W. Lim, T. Imai, Y. Nishida and T. Choh, *Scripta Mater.*, 32 (1995) p. 1713.

- [32] T. Imai, S. W. Lim, D. Jiang and Y. Nishida, *Scripta Mater.*, 36 (1997) p. 611.
- [33] M. Mabuchi, K. Kubota and K. Higashi, *Scripta Mater.*, 33 (1995) p. 331.
- [34] H. Watanabe, T. Mukai, T. G. Nieh and K. Higashi, *Mater. Sci. Forum*, 304-306 (1999) p. 297.
- [35] M. Mabuchi, M. Nakamura, K. Ameyama, H. Iwasaki and K. Higashi, *Mater. Sci. Forum*, 304-306 (1999) p. 67.
- [36] H. Watanabe, T. Mukai and K. Higashi, *Scripta Mater.*, 40 (1999) p. 477.
- [37] H. Watanabe, T. Mukai and K. Higashi, *Mater. Sci. Forum*, 304-306 (1999) p. 303.
- [38] H. Watanabe, T. Mukai, M. Mabuchi and K. Higashi, *Scripta Mater.*, 41 (1999) p. 209.
- [39] H. Watanabe, T. Mukai, T. G. Nieh and K. Higashi, *Scripta Mater.*, 42 (2000) p. 249.
- [40] A. Mwembela, E.B. Konopleva and H.J. McQueen, *Scripta Mater.*, 37 (1997) p. 1789.
- [41] T. Mohri, M. Mabuchi, M. Nakamura, T. Asahina, H. Iwasaki, T. Aizawa and K. Higashi, *Mater. Sci. Eng.*, A290, (2000) p. 139.
- [42] 蕭一清, 博士論文, 國立中山大學材料科學研究所, (2001).
- [43] R. S. Mishra, T. R. Bieler, and A. K. Mukherjee, *Acta Metall. Mater.*, 43, (1995) p. 877.
- [44] H. J. Frost and M. F. Ashby, in Deformation Mechanism Maps, Pergamon, Oxford, (1982).

表一 純鎂的物理性質與機械性質[8]

Property	Temperature in °C	Value	Reference
Atomic number		12	
Relative atomic mass		24.3050	Fluck and Heumann (1986)
Natural isotopes		79% $^{24}_{12}\text{Mg}$ 10% $^{25}_{12}\text{Mg}$ 11% $^{26}_{12}\text{Mg}$	Fluck and Heumann (1986)
Melting point		(650.0 ± 0.5) °C	Massalski et al. (1990)
Boiling point		1090 °C	Massalski et al. (1990)
First ionization energy		7.646 eV	Fluck and Heumann (1986)
Structure	25	hexagonal (hP2)	Massalski et al. (1990)
<i>a</i>		0.32094 nm	
<i>c</i>		0.52107 nm	
<i>c/a</i>		1.6236	
Density	25	1736 kg/m ³	from structure data
Electrical resistivity	20	4.46 × 10 ⁻⁸ Ω m	Kirk-Othmer (1981)
(polycrystalline)	600	17.0 × 10 ⁻⁸ Ω m	
Elastic moduli <i>C</i> ₁₁	25	59.3 GPa	Landolt-Börnstein (1979)
<i>C</i> ₃₃		61.5 GPa	
<i>C</i> ₄₄		16.4 GPa	
<i>C</i> ₁₂		25.7 GPa	
<i>C</i> ₁₃		21.4 GPa	
Young's modulus of polycrystalline Mg	25	45 GPa	Kirk-Othmer (1981)
Poisson's ratio of polycrystalline Mg	25	0.35	Kirk-Othmer (1981)
Coeff. of thermal expansion parallel to <i>a</i>	27	24.7 × 10 ⁻⁶ /K	Touloukian et al. (1978)
	527	29.8 × 10 ⁻⁶ /K	
parallel to <i>c</i>	27	25.7 × 10 ⁻⁶ /K	
	527	30.5 × 10 ⁻⁶ /K	
polycrystalline	27	25.0 × 10 ⁻⁶ /K	
	527	30.0 × 10 ⁻⁶ /K	
Linear contraction	650–20 °C	1.9%	
Volume contraction liquid–solid	650 °C	4.2%	Kirk-Othmer (1981)
Heat capacity <i>C</i> _p	27	24.86 J/mol K	Stull and Sinke (1956)
	527	31.05 J/mol K	
Entropy <i>S</i>	27	32.52 J/mol K	Stull and Sinke (1956)
	527	59.72 J/mol K	
Enthalpy <i>H-H</i> _{25°C}	527	14057 J/mol	Stull and Sinke (1956)
Thermal conductivity	27	156 W/m K	Touloukian et al. (1978)
	527	146 W/m K	
Thermal diffusivity	27	0.874 cm ² /s	Touloukian et al. (1978)
Electrochemical potential (Normal hydrogen electrode)		-2.37 V	Froats et al. (1987)
Rel. machining power Mg alloy:Al alloy		1:1.8	Kirk-Othmer (1981)
Mg alloy:cast iron		1:3.5	
Mg alloy:Ni alloy		1:10	

表二 各合金元素對於鎂合金的影響[8]

Alloying element	Melting and casting behavior	Mechanical and technological properties	Corrosion behavior I/M produced
Ag		Improves elevated temperature tensile and creep properties in the presence of rare earths	Detrimental influence on corrosion behavior
Al	Improves castability, tendency to microporosity	Solid solution hardener, precipitation hardening at low temperatures (< 120 °C)	Minor influence
Be	Significantly reduces oxidation of melt surface at very low concentrations (< 30 ppm), leads to coarse grains		
Ca	Effective grain refining effect, slight suppression of oxidation of the molten metal	Improves creep properties	Detrimental influence on corrosion behavior
Cu	System with easily forming metallic glasses, improves castability		Detrimental influence on corrosion behavior, limitation necessary
Fe	Magnesium hardly reacts with mild steel crucibles		Detrimental influence on corrosion behavior, limitation necessary
Li	Increases evaporation and burning behavior, melting only in protected and sealed furnaces	Solid solution hardener at ambient temperatures, reduces density, enhances ductility	Decreases corrosion properties strongly, coating to protect from humidity is necessary
Mn	Control of Fe content by precipitating Fe-Mn compound, refinement of precipitates	Increases creep resistivity	Improves corrosion behavior due to iron control effect
Ni	System with easily forming metallic glasses		Detrimental influence on corrosion behavior, limitation necessary
Rare earths	Improve castability, reduce microporosity	Solid solution and precipitation hardening at ambient and elevated temperatures; improve elevated temperature tensile and creep properties	Improve corrosion behavior
Si	Decreases castability, forms stable silicide compounds with many other alloying elements, compatible with Al, Zn, and Ag, weak grain refiner	Improves creep properties	Detrimental influence
Th	Suppresses microporosity	Improves elevated temperature tensile and creep properties, improves ductility, most efficient alloying element	
Y	Grain refining effect	Improves elevated temperature tensile and creep properties	Improves corrosion behavior
Zn	Increases fluidity of the melt, weak grain refiner, tendency to microscopy	Precipitation hardening, improves strength at ambient temperatures, tendency to brittleness and hot shortness unless Zr refined	Minor influence, sufficient Zn content compensates for the detrimental effect of Cu
Zr	Most effective grain refiner, incompatible with Si, Al, and Mn, removes Fe, Al, and Si from the melt	Improves ambient temperature tensile properties slightly	

表三 AZ91 晶粒大小對機械性質之關係[14]

熱處理	晶粒大小	β 相之體積比率	降伏強度
快速凝固法 + 擠型	1.2 μm	0.18	445 MPa
在 400 °C 退火 1 小時	15 μm	0.06	320 MPa

表四 文獻上報導鎂合金之超塑性整理

合金	處理方法	晶粒尺寸 (μm)	測試溫度 ($^{\circ}\text{C}$)	測試速率 (s^{-1})	伸長量	參考 文獻
AZ91	Conventional cast+extrusion	---	250	3.3×10^{-3}	110%	[19]
			275	3.3×10^{-3}	180%	
			300	3.3×10^{-3}	170%	
AZ91	RS+extrusion	----	250	1.8×10^{-3}	>500%	
			275	3.3×10^{-3}	>1000%	
			300	3.3×10^{-3}	>1000%	
AZ91	PM+extrusion	1.4	300	1×10^{-2}	280%	[17]
AZ91	IM+extrusion	4.1	250	4×10^{-4}	430%	
AZ91	ECAE	1	175	1×10^{-3}	100%	[21]
			175	2×10^{-4}	180%	[35]
			175	6×10^{-5}	326%	
			200	1×10^{-4}	400%	
			200	6×10^{-5}	661%	
AZ91	ECAE	1.4	300	1×10^{-2}	280%	[21]
AZ91	ECAE	4.1	250	3×10^{-4}	430%	
AZ91	Extrusion (300 $^{\circ}\text{C}$)	7.6	300	1×10^{-5}	310%	[25]
AZ91	Extrusion (400 $^{\circ}\text{C}$)	15.4	300	1×10^{-5}	150%	
AZ91	Extrusion (480 $^{\circ}\text{C}$)	66.1	300	1×10^{-5}	<30%	
AZ105	PM+extrusion	-----	200	2×10^{-3}	53%	[18]
			300	2×10^{-3}	400%	
			300	2×10^{-2}	900%	
AZ105	IM+extrusion	----	200	2×10^{-3}	75%	
			300	2×10^{-3}	120%	
AZ88	PM+extrusion	-----	200	2×10^{-3}	68%	
			300	2×10^{-3}	260%	
			300	2×10^{-2}	800%	
AZ88	IM+extrusion	----	200	2×10^{-3}	90%	
			300	2×10^{-3}	105%	
ZA124	PM+extrusion		200	2×10^{-3}	80%	
			300	2×10^{-3}	350%	
			300	2×10^{-2}	500%	
ZA124	IM+extrusion		200	2×10^{-3}	70%	
			300	2×10^{-3}	73%	
ZA128	PM+extrusion		200	2×10^{-3}	55%	
			300	2×10^{-3}	300%	
			300	2×10^{-2}	500%	
ZA128	IM+extrusion		200	2×10^{-3}	60%	
			300	2×10^{-3}	120%	

(Continue)

(Continue)

ZK60	IM+extrusion	3.3	325	1×10^{-2}	544%	[36]
			337	1×10^{-2}	305%	
			350	1×10^{-3}	420%	
			400	1×10^{-3}	340%	
	PM+extrusion	6.5	200	3×10^{-6}	430%	
	+annealing		212	8×10^{-6}	430%	
			225	1×10^{-5}	400%	
ZK60		3.2	300	4×10^{-3}	730%	[17]
ZK61		1.8	350	1×10^{-1}	450%	[17]
ZK60	Extruded	3.3	325	1×10^{-1}	130%	[36]
			325	1×10^{-2}	544%	[37]
			325	1×10^{-3}	370%	
			350	1×10^{-1}	150%	
			350	1×10^{-2}	320%	
			350	1×10^{-3}	420%	
			400	1×10^{-1}	60%	
			400	1×10^{-2}	100%	
			400	1×10^{-3}	230%	
ZK60	Extrusion+	6.5	200	1×10^{-5}	240%	[37]
	annealing		212	1×10^{-5}	320%	
			225	1×10^{-5}	430%	
ZK61	PM+extrusion	0.5	200	1×10^{-1}	100%	[38]
			200	1×10^{-2}	283%	
			200	1×10^{-3}	659%	
			200	1×10^{-4}	410%	

表五 文獻上報導鎂基複合材料之超塑性整理

複材	處理方法	晶粒尺寸 (μm)	測試溫度 ($^{\circ}\text{C}$)	測試速率, (s^{-1})	伸長量	參考 文獻
ZK60/SiC	PM+extrusion	0.5	250	2×10^{-1}	71%	[29]
			350	1×10^{-2}	100%	[30]
			400	1×10^0	350%	
			250	1×10^0	310%	
			250	1.3×10^0	320%	
ZK60/SiC	Extrusion	1.9	202	3.3×10^{-4}	297%	[39]
			190	1×10^{-2}	337%	
			175	1×10^0	264%	
Mg5Zn/ 10TiC	Extrusion+ hot-rolled	2-5	470	1.67×10^{-2}	265%	[31]
Mg5Zn/ 20TiC	Extrusion+ hot-rolling	2-5	470	6.67×10^{-2}	295%	[32]
Mg5Al/ AlN	Extrusion+ hot-rolling	0.72	400	5×10^{-1}	230%	[32]
			400	1×10^{-1}	105%	
			450	1×10^{-1}	60%	
Mg/Mg ₂ Si	Extrusion+ Annealing	1.4	500	1×10^0	270%	[33]
			500	1×10^{-1}	344%	
			500	1×10^{-1}	335%	
Zk60/SiC	Extrusion	1.7	325	1×10^0	110%	[34]
			325	1×10^{-1}	415%	
			325	1×10^{-3}	50%	
			350	1×10^0	150%	
			350	1×10^{-1}	450%	
			350	1×10^{-3}	20%	
			400	1×10^0	240%	
			400	1×10^{-1}	200%	
			400	1×10^{-3}	40%	

表六(a) AZ91 鎂合金之組成

	Mg	Al	Zn	Mn	Si	Fe	Cu	Ni	Be
AZ91 (wt%)	Bal.	9.07	0.62	0.331	0.0172	0.0026	0.0006	0.0004	0.0002
AZ91 (at%)	Bal.	9.94	1.64	0.74	0.0195	0.0059	0.00156	0.00096	0.00007

表六(b) 5083 鋁合金之組成

	Al	Mg	Mn	Si	Fe	Zn	Cr	Ti	Cu
5083 (wt%)	Bal.	4.5	0.7	0.4	0.4	0.25	0.15	0.15	0.1
5083 (at%)	Bal.	3.95	1.41	0.41	0.82	0.59	0.29	0.26	0.23

表七 各種 AZ91 與 5083 試片之加工條件及應變量

合金	試片名稱	製程條件	總加工 累積截 面縮減 率	真實加工 累積應變 量
AZ91	Ingot	原母材	---	---
AZ91	E1	直徑 65 mm 的鑄錠經 42:1 的擠型，擠型後為直徑 10 mm 的棒材。擠型溫度為 300 °C。	97.6%	3.74
AZ91	E2	直徑 65 mm 的鑄錠經 100:1 的擠型，擠型後為直徑 6.5 mm 的棒材。擠型溫度為 300 °C。	99%	4.61
AZ91	E2a	直徑 65 mm 的鑄錠經 100:1 的擠型，擠型後為直徑 6.5 mm 的棒材。擠型溫度為 300 °C，之後再把 6.5 mm 棒材壓延至 2 mm 的薄板，並且每兩道壓延之間於 350 °C 製程退火一次，時間約 30~60 分鐘。	99.7%	5.78
AZ91	E2b	直徑 65 mm 的鑄錠經 100:1 的擠型，擠型後為直徑 6.5 mm 的棒材。擠型溫度為 300 °C，之後再把 6.5 mm 棒材壓延至 1 mm 的薄板，並且每兩道壓延之間於 350 °C 製程退火一次，時間約 30~60 分鐘。	99.8%	6.48
AZ91	E3	擠型板材	>99%	>4.61
5083	5083	直徑 65 mm 的鑄錠經 100:1 的擠型，擠型後為直徑 6.5 mm 的棒材。擠型溫度為 300 °C。	99%	4.61

表八 AZ91 鎂合金晶粒變化

	d, μm 製程後	d, μm 250 °C, $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 拉伸後
Ingot	125	---
E1	9.8	---
E2	5	3
E2a	13.5	3
E2b	15.5	---
E3	4.9	---
E3a	<3	---
E3b	5.3	---

表九 AZ91-E2 試片靜態退火時間及溫度對晶粒的影響

	200 °C	250 °C	300 °C	350 °C
升溫 held 0 min	---	5.2	---	---
held 30 min	5.2	5.3	6.3	10.5
held 60 min	---	6.2	---	---
held 90 min	---	6.3	---	---

表十 各 AZ91 試片在常溫下的抗拉強度

應變速率(s^{-1}) 材料	25 °C, $1 \times 10^{-3} s^{-1}$	
	抗拉強度(MPa)	伸長量(%)
Ingot	145.9	4.3
E1	318.4	16
E2	339.5	15.5
E3	329.8	4.4
E3a	>329.8	>5

表十一 AZ91 之 Ingot 及 E2 試片 T6 處理後之室溫拉伸特性

測試條件 材料	25 °C, 1x10 ⁻³ s ⁻¹	
	抗拉強度(MPa)	伸長量(%)
Ingot	145.9	4.3
Ingot-T6	195.7	5.4
E2	339.5	15.5
E2-T6	371.4	10.0

表十二 (a)(b)(c)分別 AZ91-E2 試片在 200 °C、250 °C 及 300 °C 之拉伸特性

(a)

應變速率(s^{-1}) \ 材料	E2 (200 °C)	
	抗拉強度(MPa)	伸長量(%)
2×10^{-4}	85.56	242
8×10^{-4}	109.18	148
1×10^{-3}	114.82	124
2×10^{-3}	127.90	106
8×10^{-3}	152.91	107

(b)

應變速率(s^{-1}) \ 材料	E2 (250 °C)	
	抗拉強度(MPa)	伸長量(%)
2×10^{-4}	40.05	253
8×10^{-4}	61.83	264
1×10^{-3}	65.10	300
2×10^{-3}	74.76	135
8×10^{-3}	92.80	168

(c)

應變速率(s^{-1}) \ 材料	E2 (300 °C)	
	抗拉強度(MPa)	伸長量(%)
2×10^{-4}	15.61	241
8×10^{-4}	31.95	190
1×10^{-3}	33.61	185
2×10^{-3}	44.69	212
8×10^{-3}	60.13	191

表十三 (a)(b)(c)分別為 5083 在 200 °C、250 °C 及 300 °C 之拉伸特性

(a)

材料 應變速率(s^{-1})	5083 (200 °C)	
	抗拉強度(MPa)	伸長量(%)
2×10^{-4}	144.32	139
1×10^{-3}	191.51	94
8×10^{-3}	236.64	68

(b)

材料 應變速率(s^{-1})	5083 (250 °C)	
	抗拉強度(MPa)	伸長量(%)
2×10^{-4}	58.65	200
1×10^{-3}	100.54	190
8×10^{-3}	152.7	117

(c)

材料 應變速率(s^{-1})	5083 (300 °C)	
	抗拉強度(MPa)	伸長量(%)
2×10^{-4}	36.26	181
1×10^{-3}	59.03	145
8×10^{-3}	105.5	96

表十四 (a)(b)(c)分別為 AZ91-E1 在 200 °C、250 °C 及 300 °C 之拉伸特性

(a)

應變速率(s ⁻¹) \ 材料	E1 (200 °C)	
	抗拉強度(MPa)	伸長量(%)
2x10 ⁻⁴	104.22	86
1x10 ⁻³	130.06	69
8x10 ⁻³	157.31	56
2x10 ⁻²	174.73	51

(b)

應變速率(s ⁻¹) \ 材料	E1 (250 °C)	
	抗拉強度(MPa)	伸長量(%)
2x10 ⁻⁴	54.29	208
1x10 ⁻³	79.28	110
8x10 ⁻³	107.46	71
2x10 ⁻²	116.23	60

(c)

應變速率(s ⁻¹) \ 材料	E1 (300 °C)	
	抗拉強度(MPa)	伸長量(%)
2x10 ⁻⁴	24.35	223
1x10 ⁻³	44.46	93
8x10 ⁻³	65.04	75
2x10 ⁻²	76.61	54

表十五 (a)(b)(c)分別為 AZ91-E3 在 200 °C、250 °C 及 300 °C 之拉伸特性

(a)

應變速率(s ⁻¹) \ 材料	E3 (200 °C)	
	抗拉強度(MPa)	伸長量(%)
2x10 ⁻⁴	40.0	302
1x10 ⁻³	67.5	150
8x10 ⁻³	98.0	192
2x10 ⁻²	125.3	130

(b)

應變速率(s ⁻¹) \ 材料	E3 (250 °C)	
	抗拉強度(MPa)	伸長量(%)
2x10 ⁻⁴	32.09	460
1x10 ⁻³	38.25	338
8x10 ⁻³	57.64	195
2x10 ⁻²	96.89	63

(c)

應變速率(s ⁻¹) \ 材料	E3 (300 °C)	
	抗拉強度(MPa)	伸長量(%)
2x10 ⁻⁴	18.11	398
1x10 ⁻³	38.73	197
8x10 ⁻³	51.76	169
2x10 ⁻²	56.32	146

表十六 AZ91-E2 不同的應變所對應的 m 值

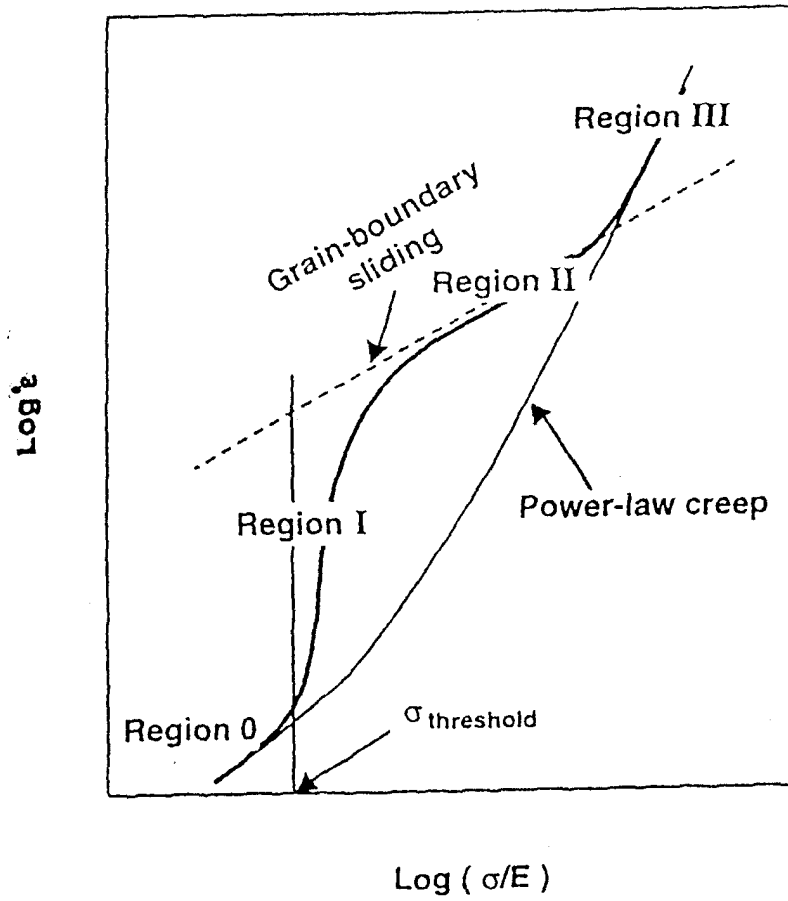
Temperature (°C)	ϵ	m	R
200	0.3	0.20788	0.99691
	0.4	0.23773	0.99854
	0.5	0.25147	0.99886
250	0.3	0.30168	0.99432
	0.4	0.29850	0.98489
	0.5	0.27237	0.96602
300	0.3	0.32514	0.99527
	0.4	0.28469	0.99287
	0.5	0.24744	0.98648

表十七 AZ91-E2 試片在 200~300 °C 之溫度區間，以 n 等於 2、2.5 及 3 時， $\epsilon^{1/n}$ 對 σ 所作之圖，分別求得各 n 值相關之初始應力值及線性關係精確度(R)。

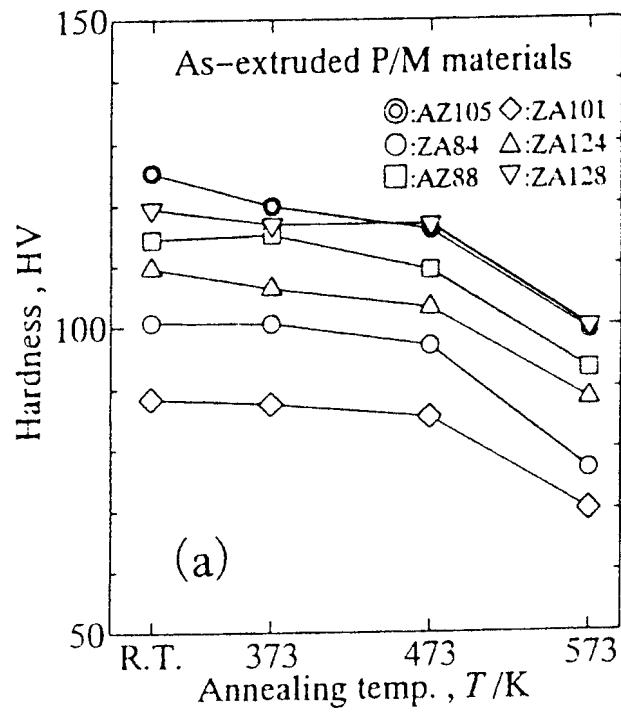
	n=2		n=2.5		n=3	
	m=0.5		m=0.4		m=0.33	
Temperature	σ_{th} , MPa	R	σ_{th} , MPa	R	σ_{th} , MPa	R
200 °C	76.41	0.98610	60.75	0.98235	50	0.98011
250 °C	29.25	0.98336	18.49	0.98998	9.43	0.99716
300 °C	12.26	0.97145	6.6	0.99210	negative	0.99887

表十八 5083 試片在 200~300 °C 之溫度區間，以 n 等於 3、3.5 及 4 時， $\sigma^{1/n}$ 對 σ 所作之圖，分別求得各 n 值相關之初始應力值及線性關係精確度(R)。

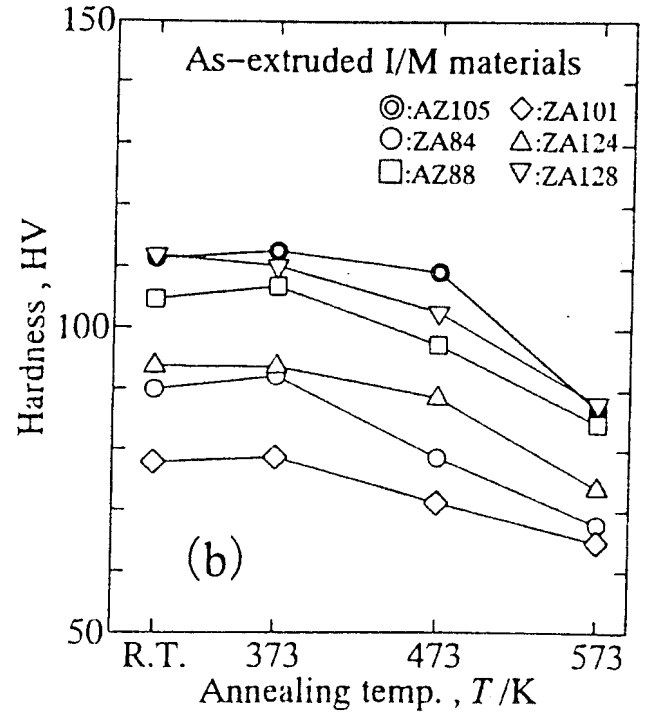
	n=3		n=3.5		n=4	
	m=0.33		m=0.29		m=0.25	
Temperature	σ_{th} , MPa	R	σ_{th} , MPa	R	σ_{th} , MPa	R
200 °C	120.1	0.97759	104.2	0.98176	88.3	0.98471
250 °C	43.6	0.96605	29.4	0.97122	16.9	0.97495
300 °C	18.5	0.99286	7.9	0.99513	negative	0.9966



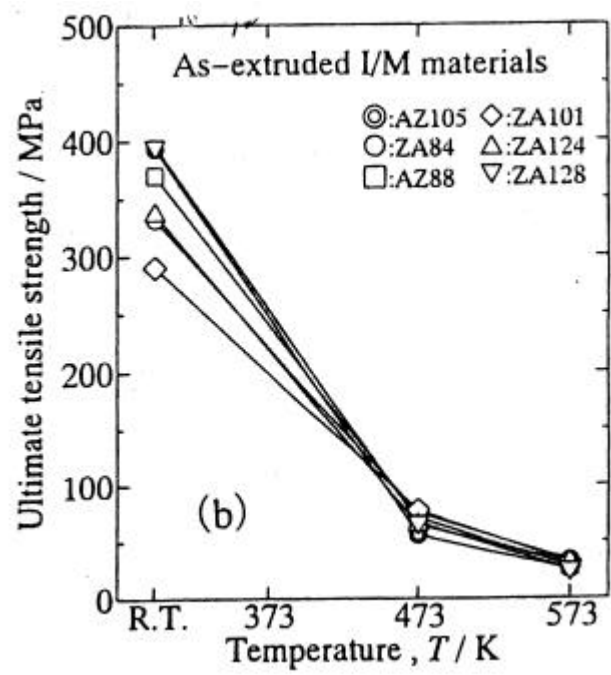
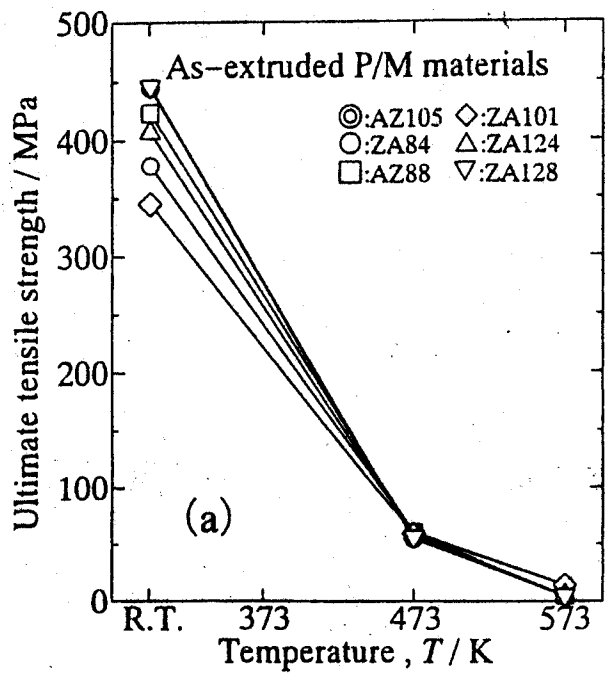
圖一 細晶材料之高溫變形行為[6]



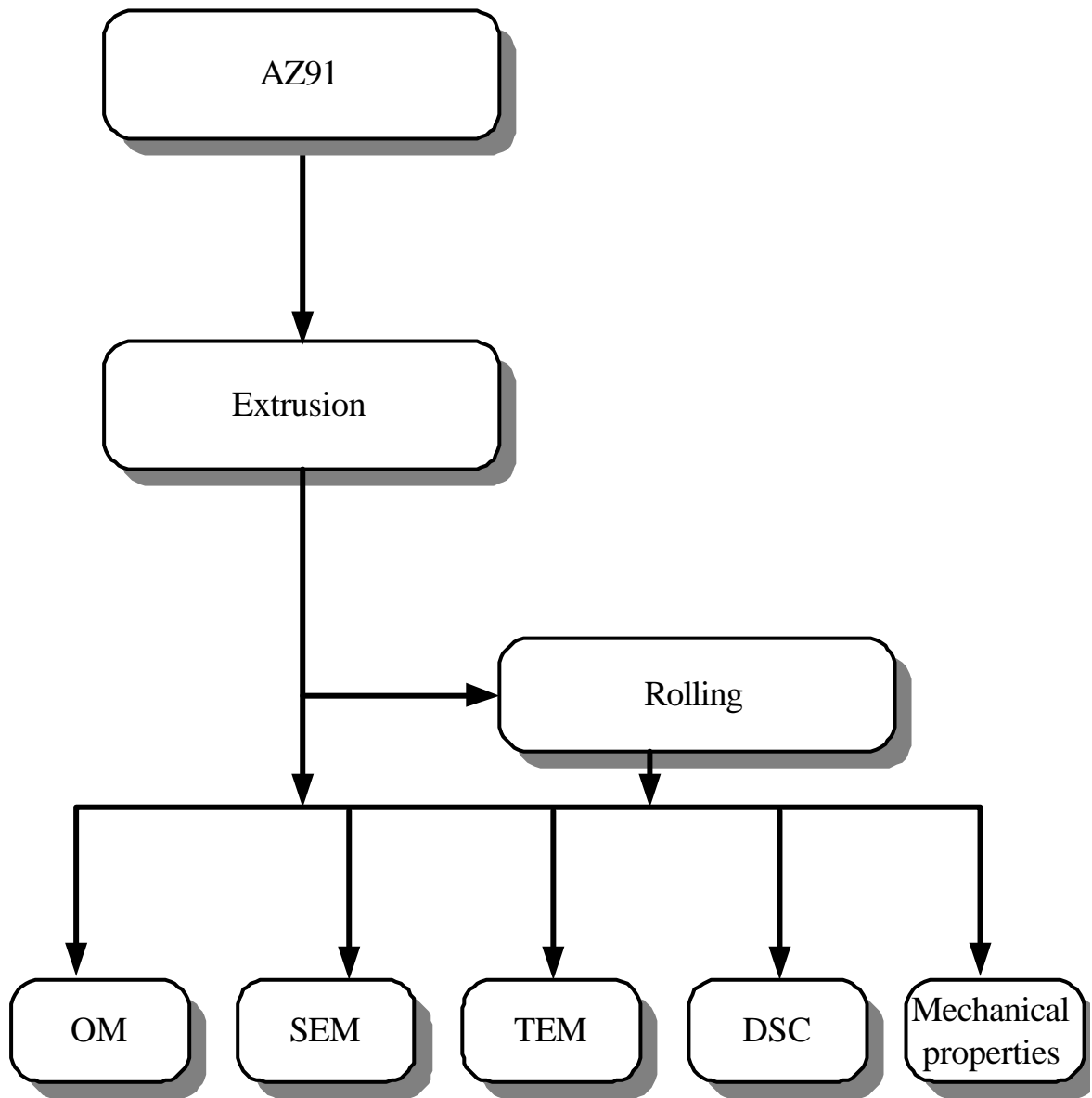
圖二 (a) PM 材料各溫度加熱兩小時的硬度值[18]



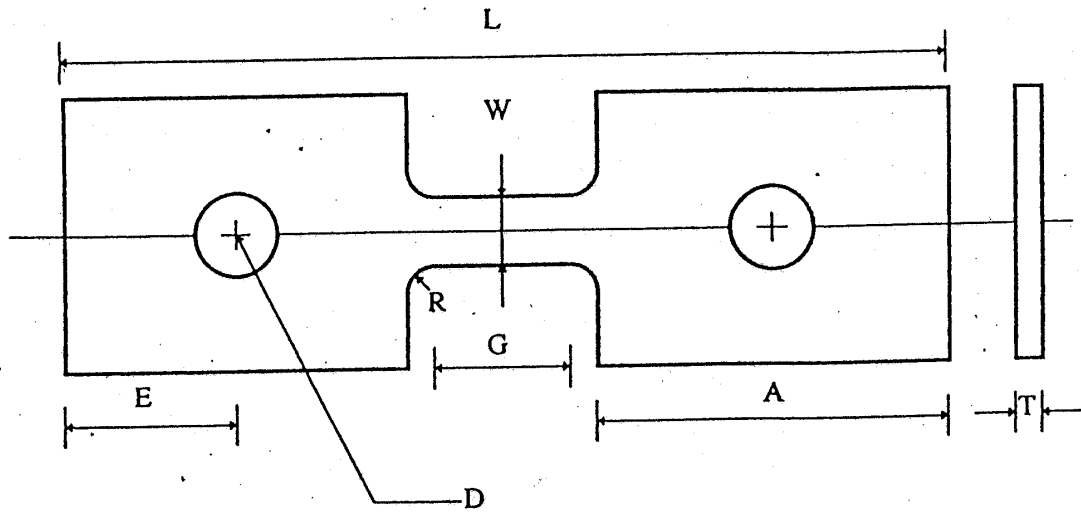
圖二 (b) IM 材料各溫度加熱兩小時的硬度值[18]



圖三 (a)(b) PM 及 IM 材料高溫拉伸強度對 Al+Zn 含量[18]

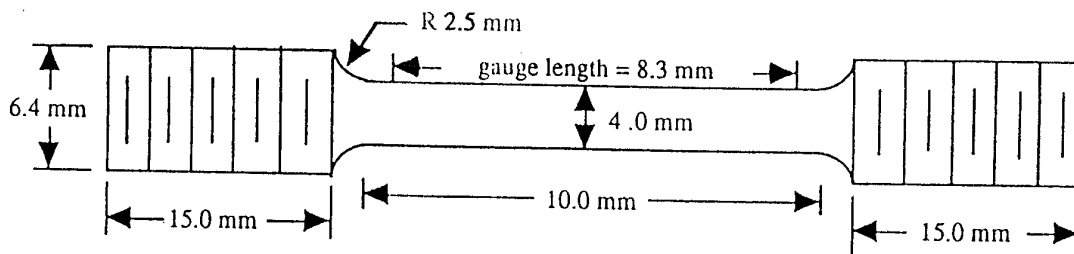


圖四 實驗流程圖

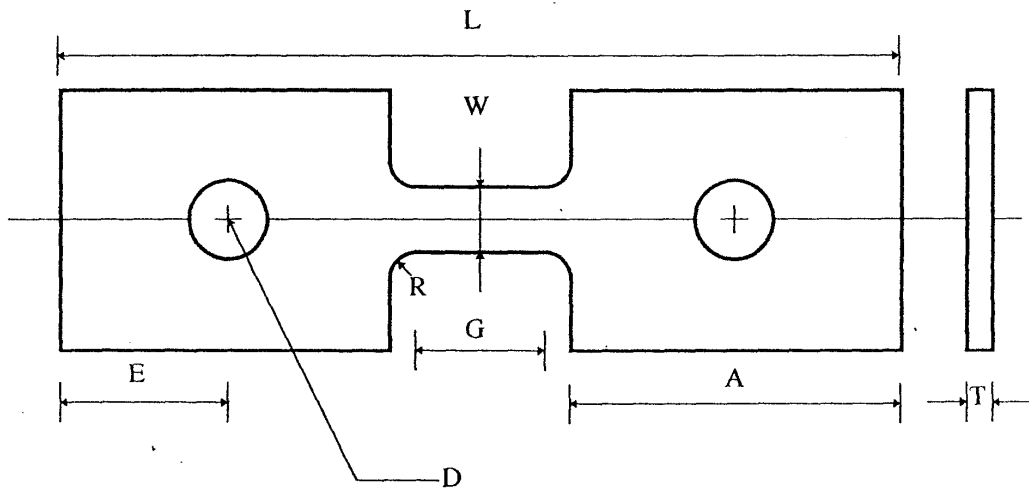


Subsize Specimen	mm
G-Gage length	8
W-Width	6
T-Thickness	0.5-2
R-Radius of fillet	2
L-Over all length	65
A-Length of grip section	25.5
B-Width of grip section	20
D-Diameter of hole for pin	6.2
E-Edge distance from pin	13

圖五 原始鑄錠之拉伸尺寸規格

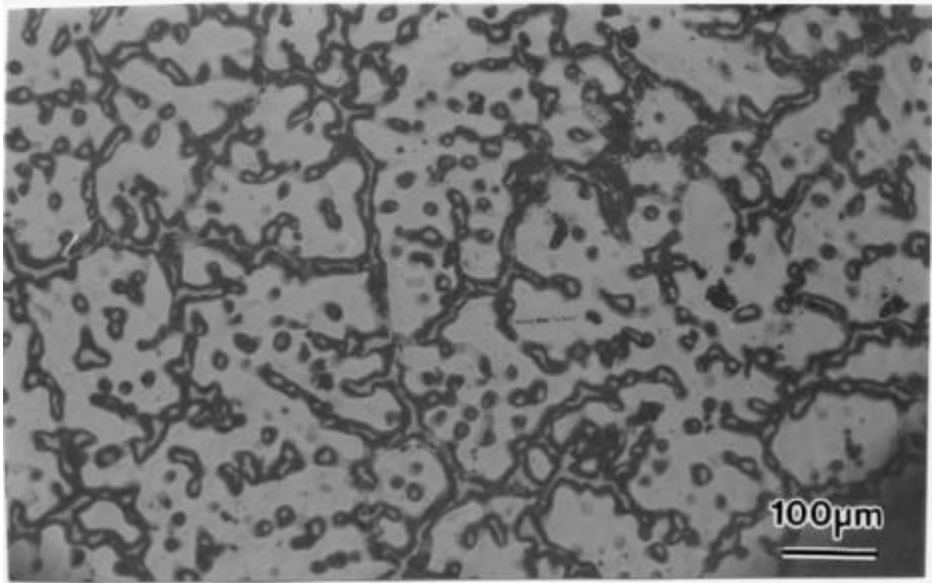


圖六 材料經過擠型後試棒之規格

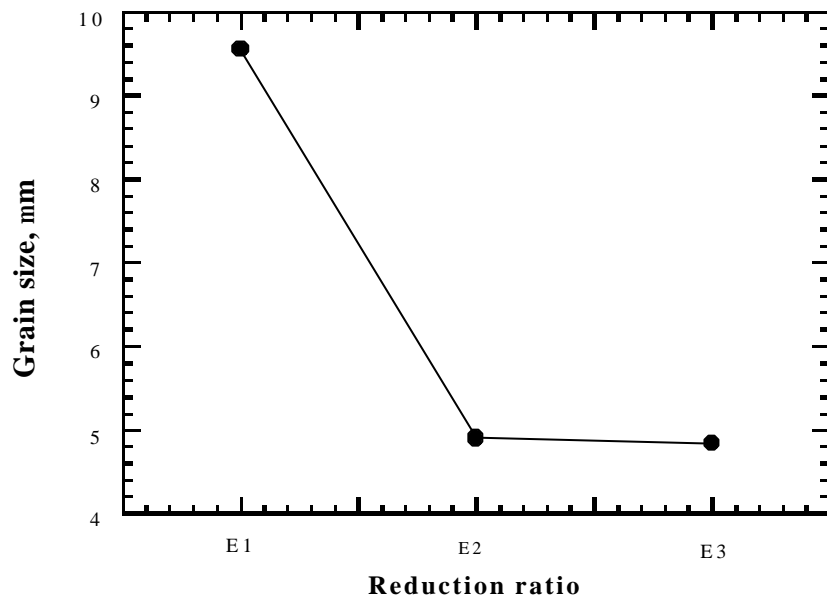


Subsize Specimen	mm
G-Gage length	5.5
W-Width	3
T-Thickness	1-2
R-Radius of fillet	0.5
L-Over all length	30
A-Length of grip section	11
B-Width of grip section	10
D-Diameter of hole for pin	3
E-Edge distance from pin	5.5

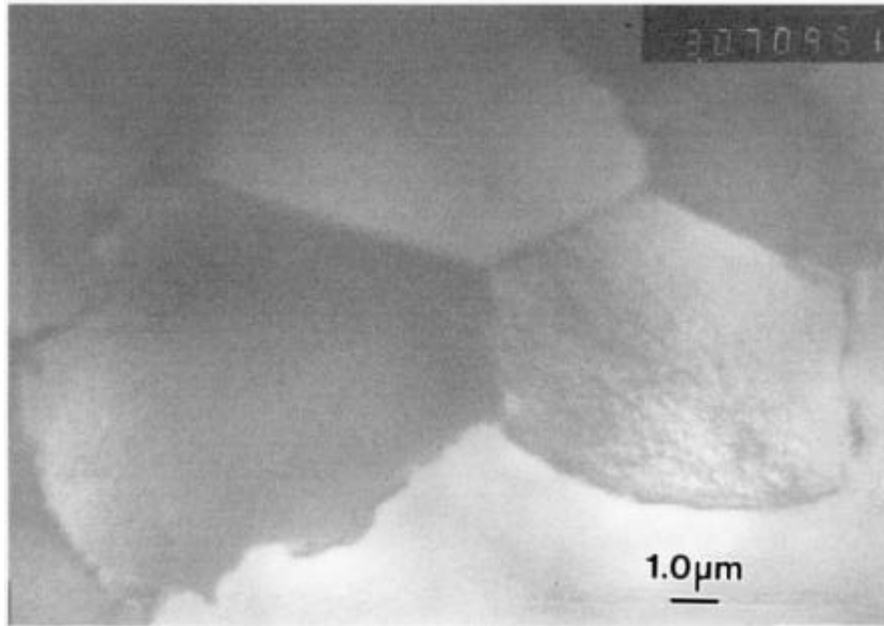
圖七 材料經過擠型與滾壓後試片之規格



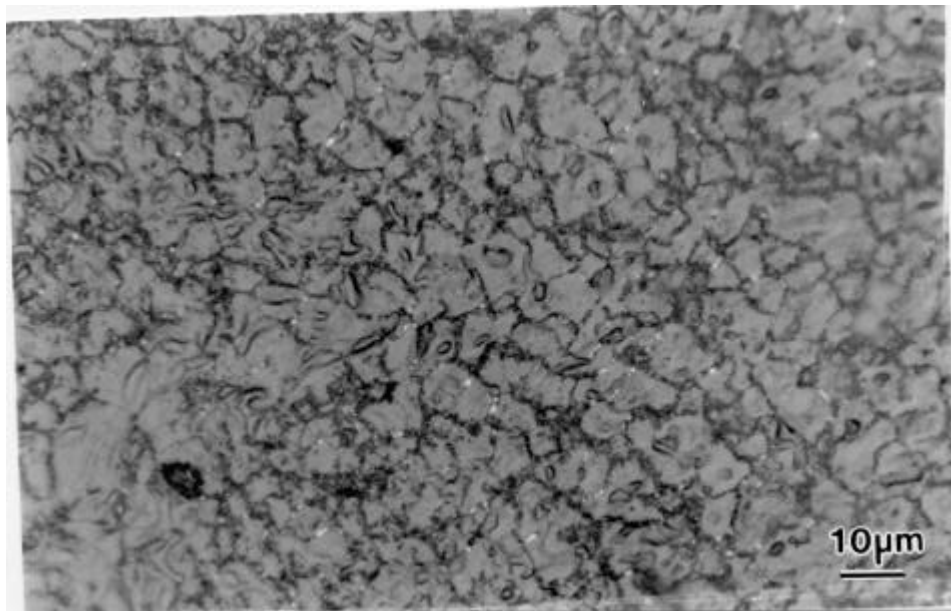
圖八 鑄錠的 OM 圖



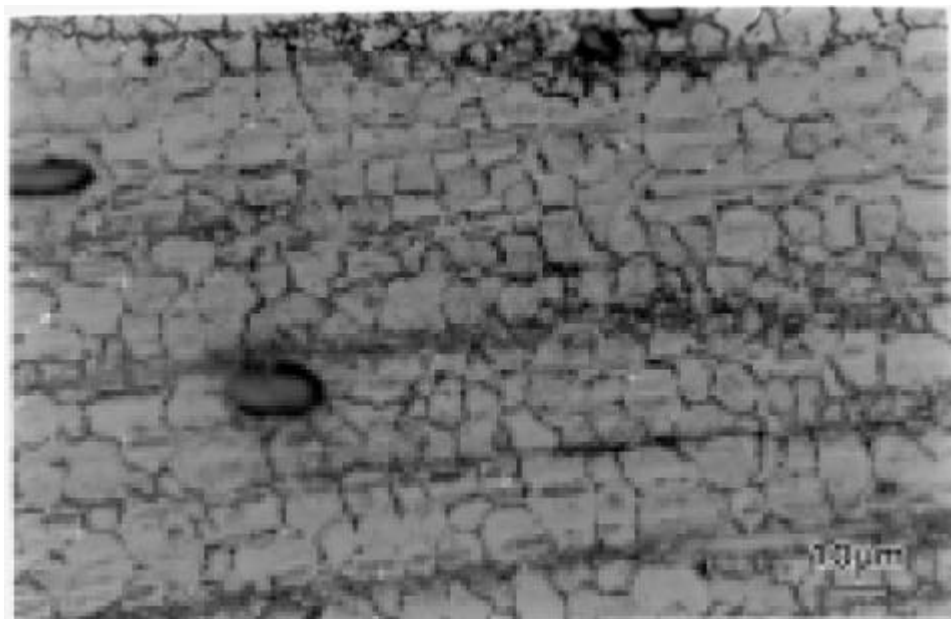
圖九 不同擠型比所對應的晶粒大小



圖十 AZ91-E3 的晶粒 TEM 圖

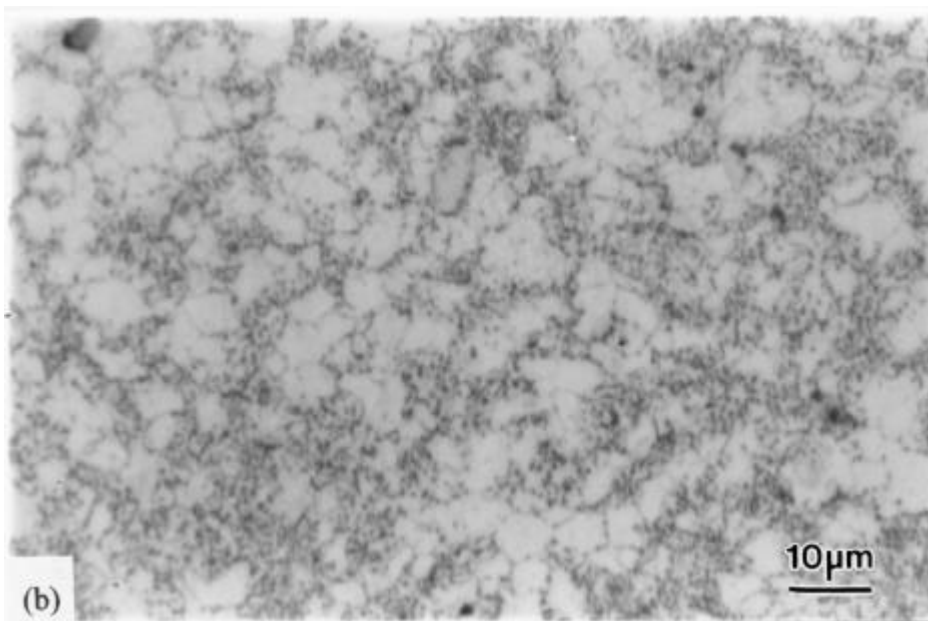
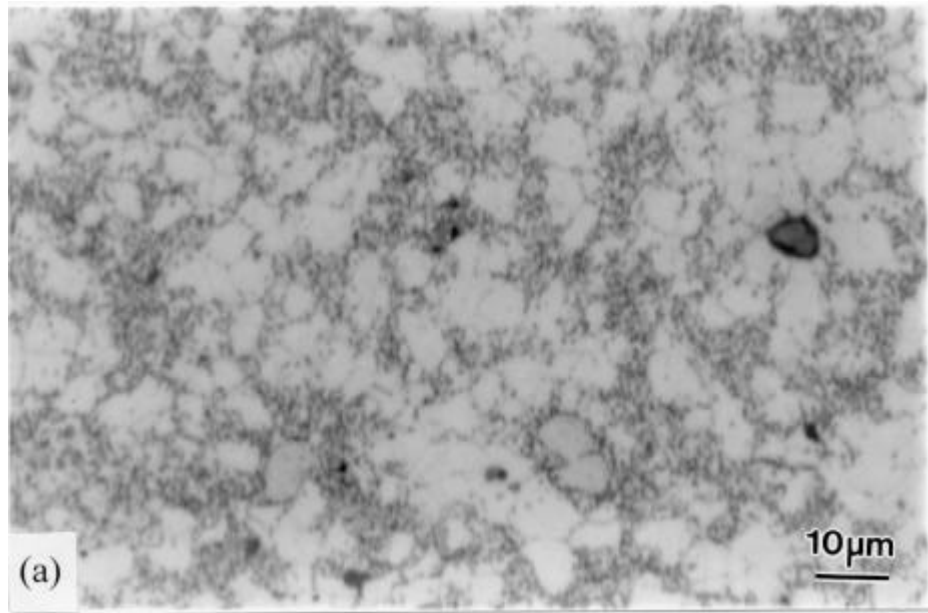


(a)

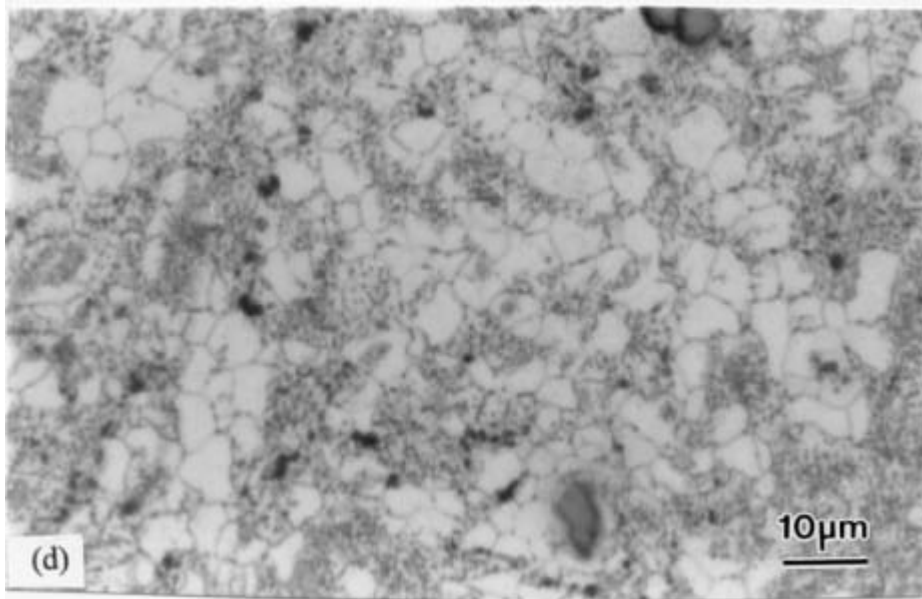
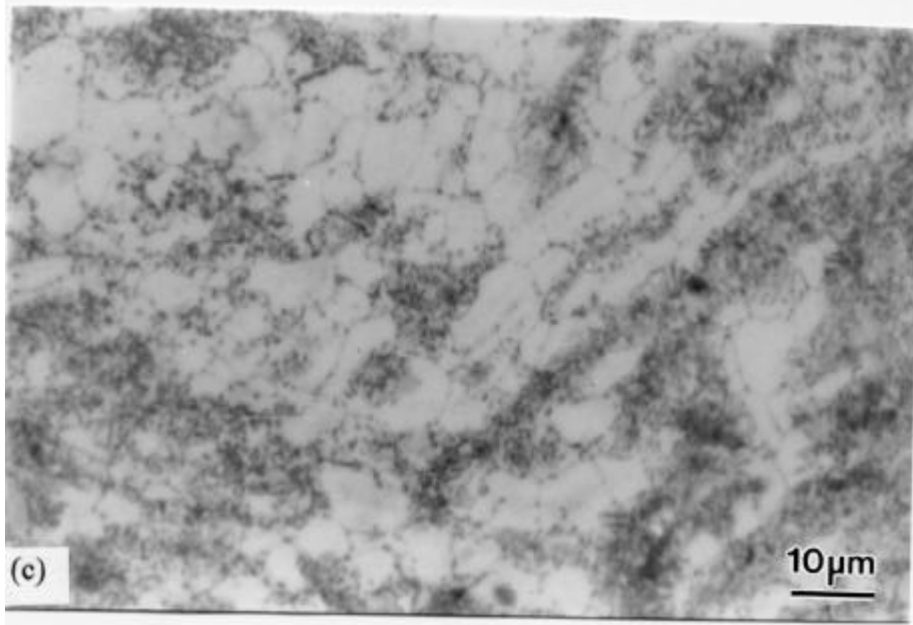


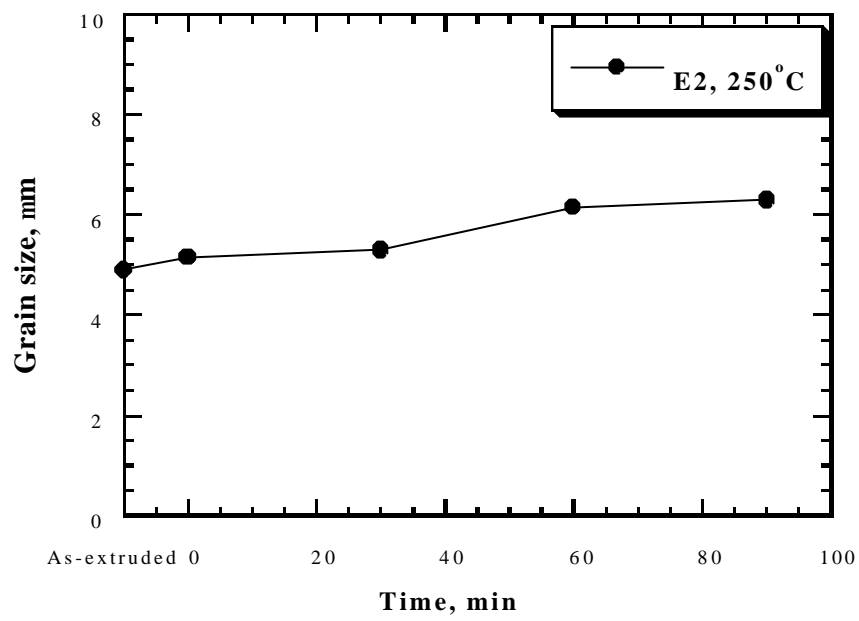
(b)

圖十一 E2 經過熱擠型的(a)橫截面;(b)縱截面，OM 圖

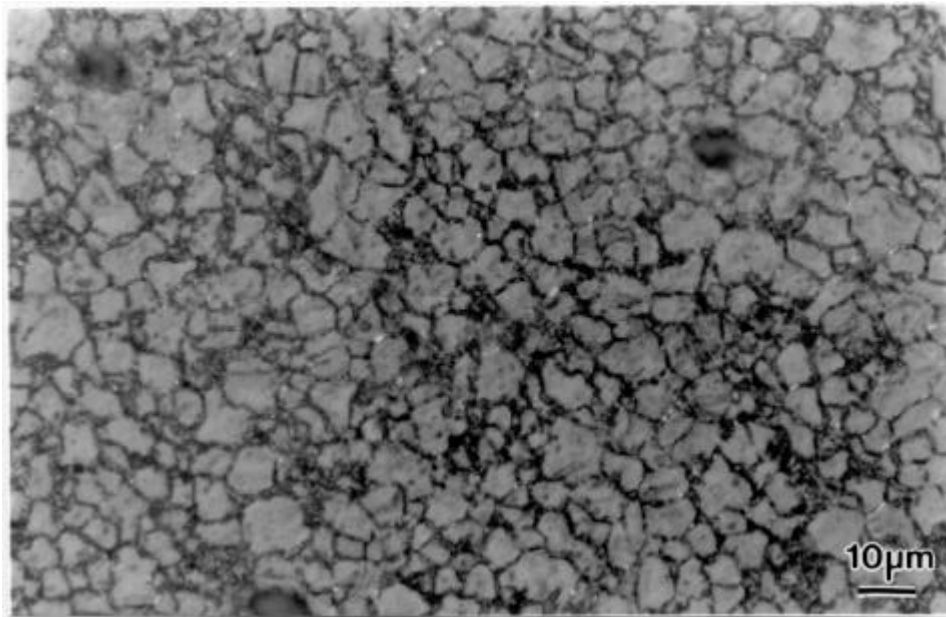


圖十二 將熱擠型後的試片加熱至 250 °C,然後再分別靜置維持(a)0 分鐘;(b)30 分鐘;(c)60 分鐘及(d)90 分鐘 , OM 圖

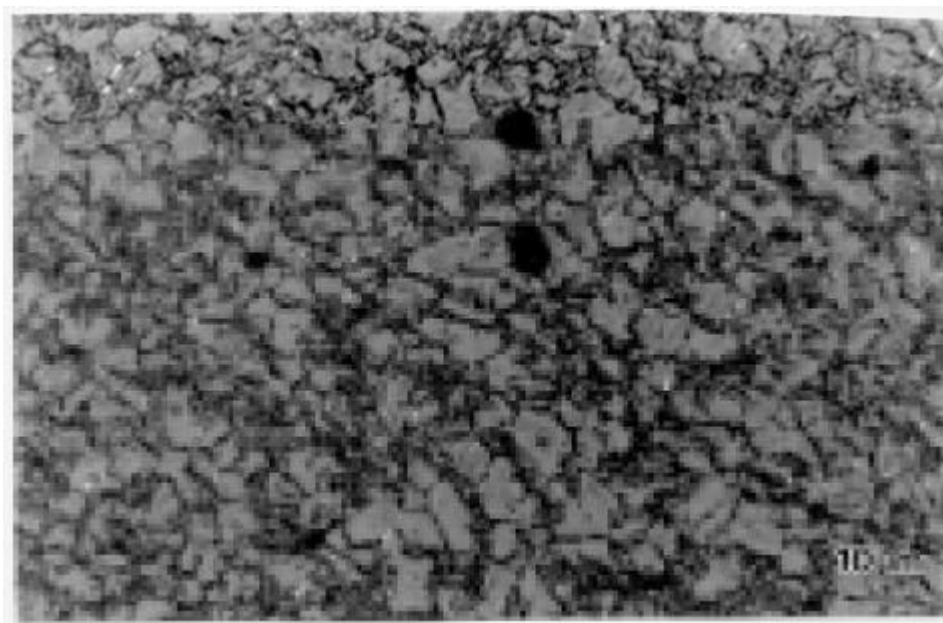




圖十三 晶粒大小對靜置時間的關係圖

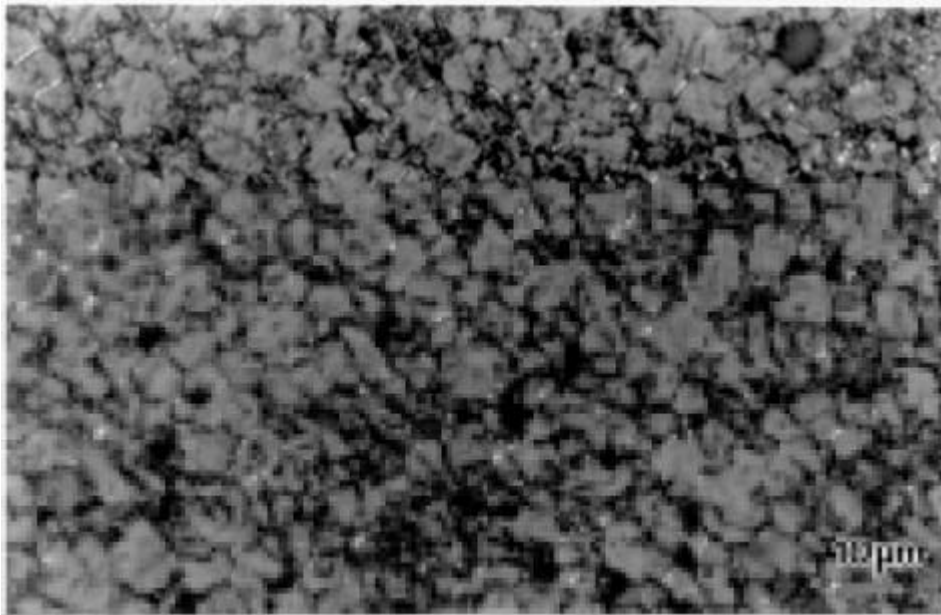


(a)

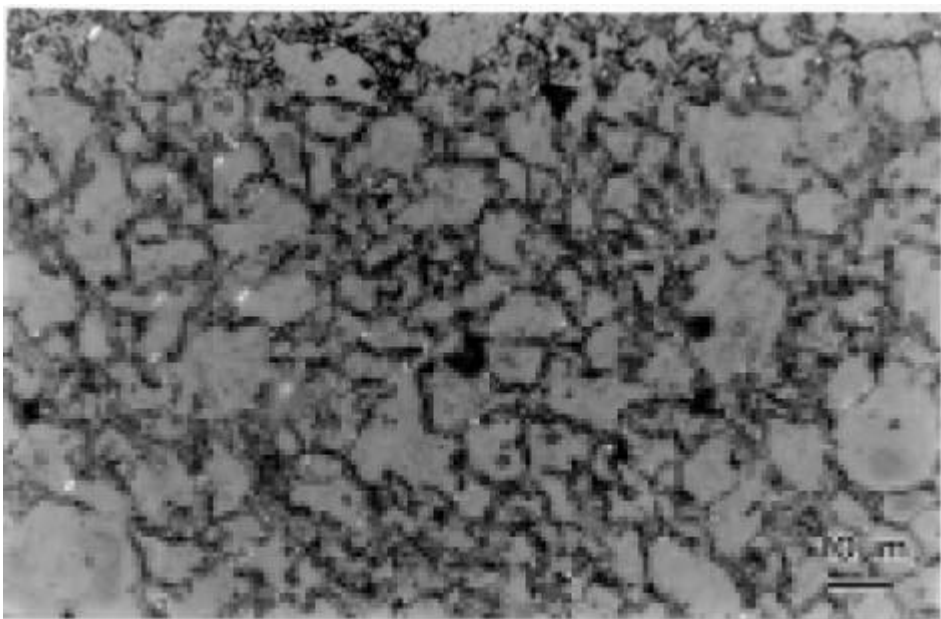


(b)

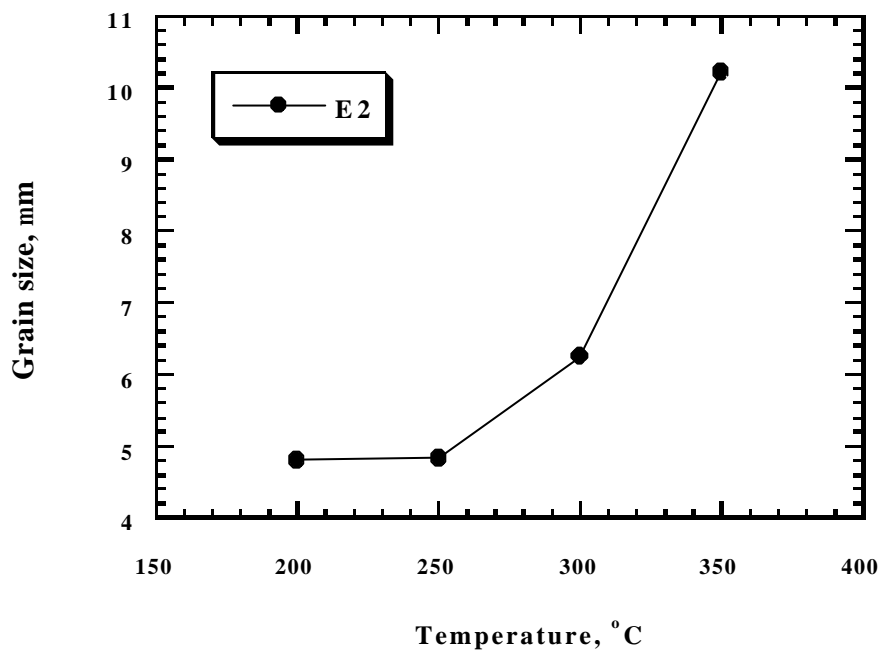
圖十四 AZ91-E2 試片在各溫度保持三十分鐘(a)200 °C;(b) 250 °C;(c) 300 °C 和 (d) 350 °C , OM 圖



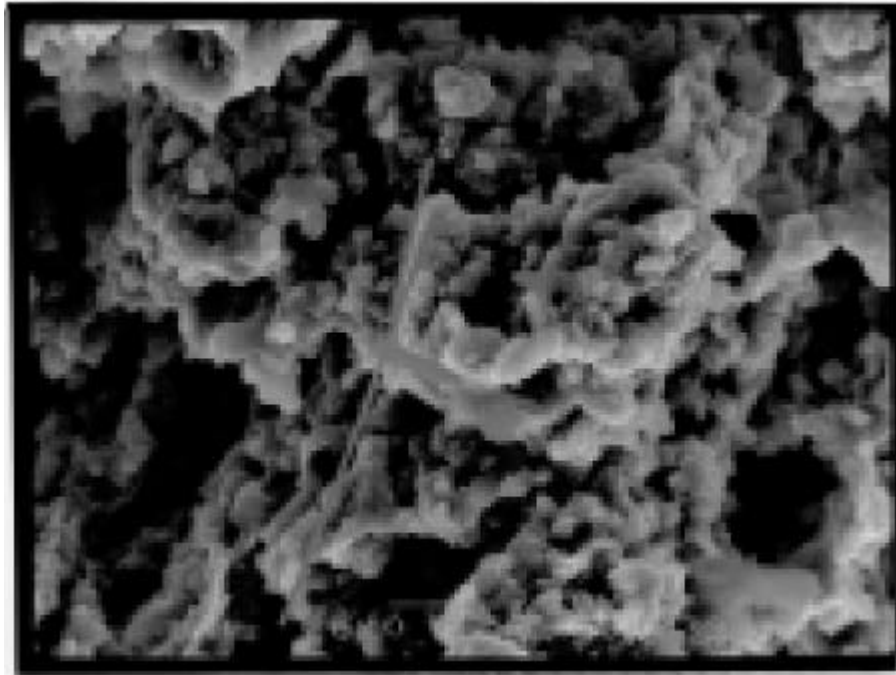
(c)



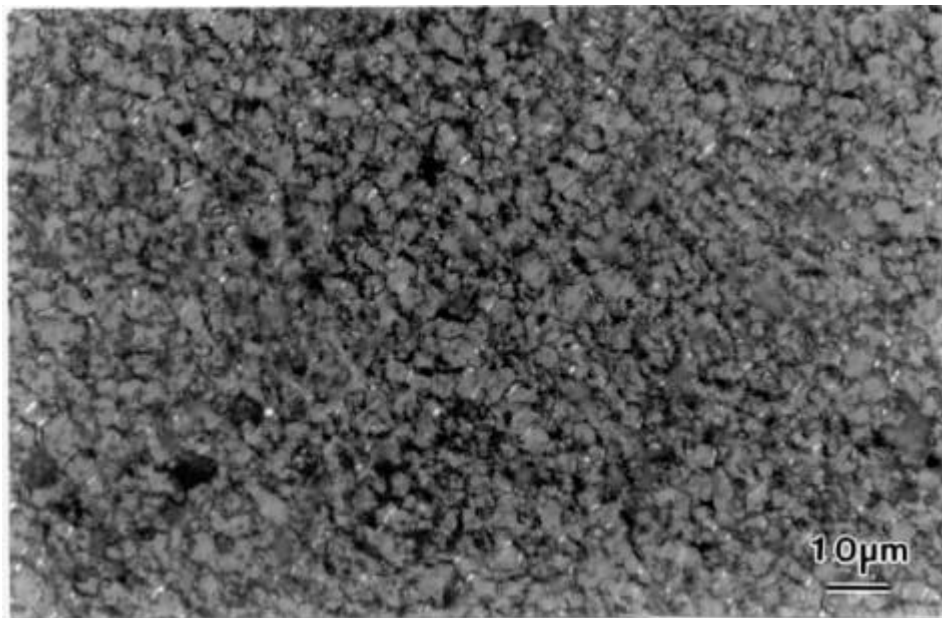
(d)



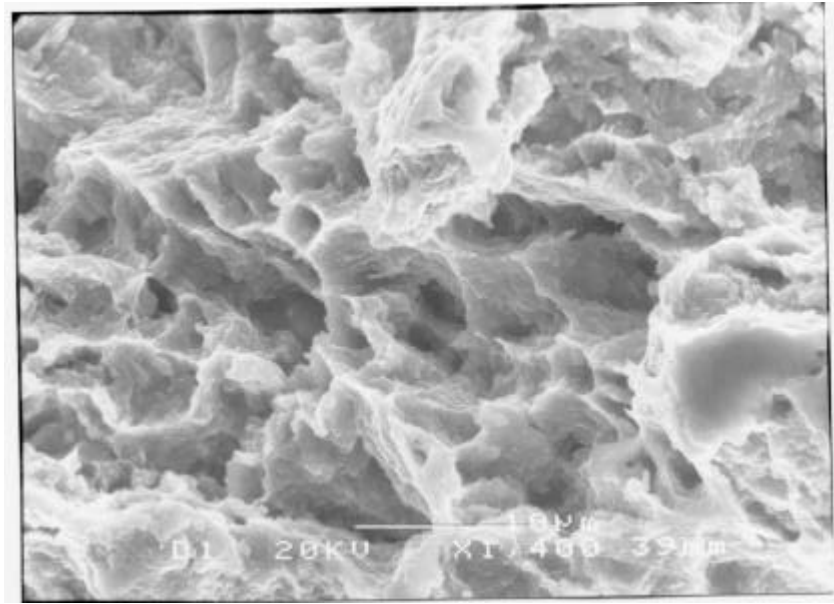
圖十五 晶粒大小對在該溫度保持 30 分鐘的關係圖



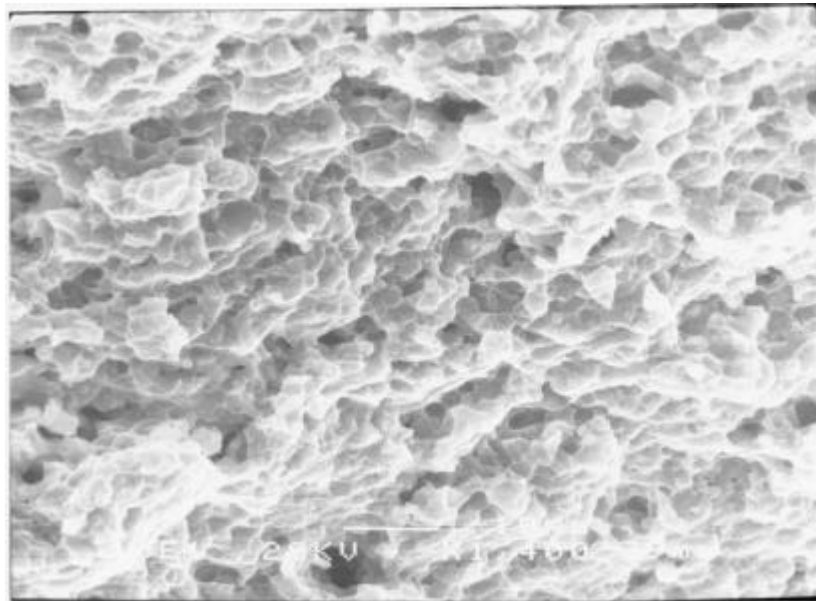
圖十六 AZ91-E2 試片在 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 與 $250 \text{ }^\circ\text{C}$ 的測試條件下 SEM 圖



圖十七 AZ91-E2 試片在 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 與 $250 \text{ }^\circ\text{C}$ 的測試條件下 OM 圖

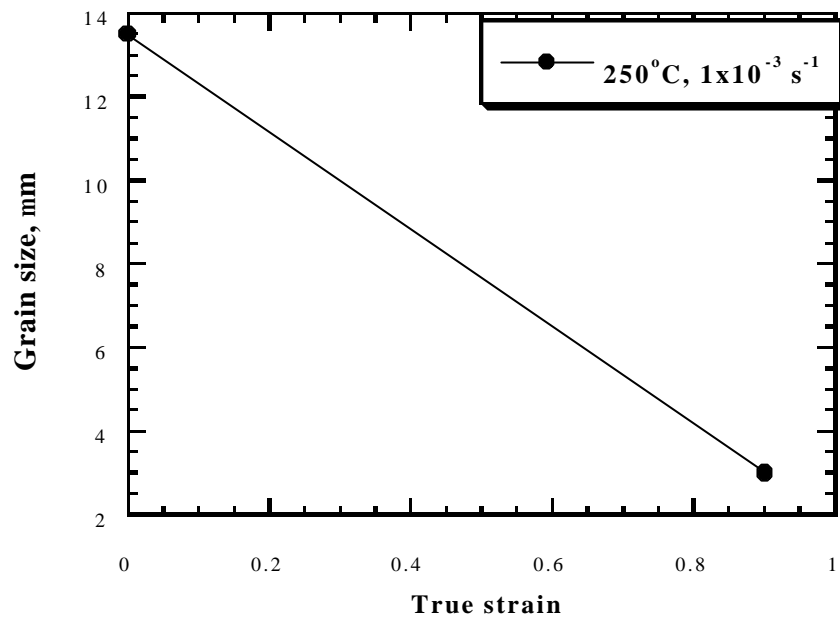


(a)

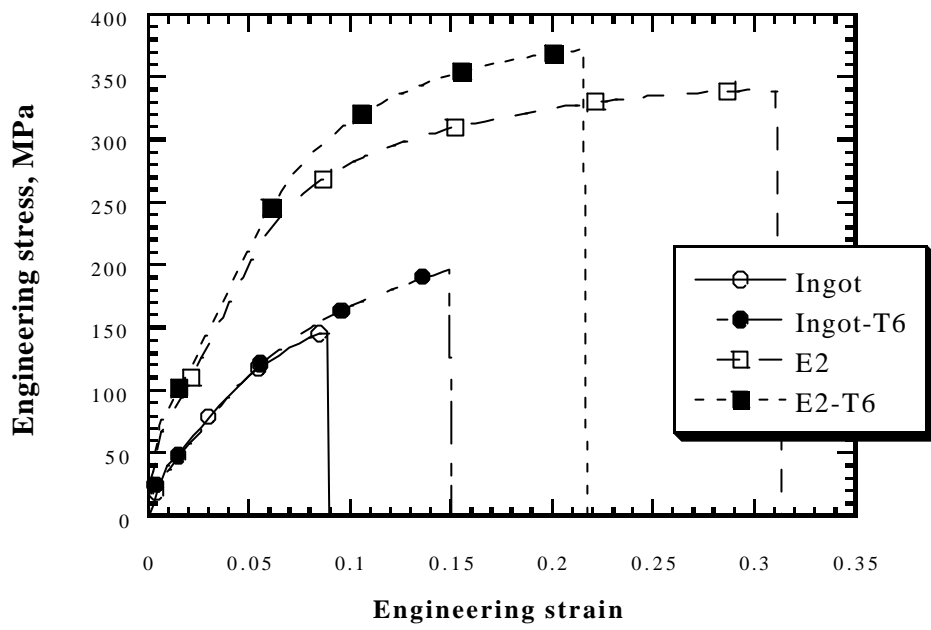


(b)

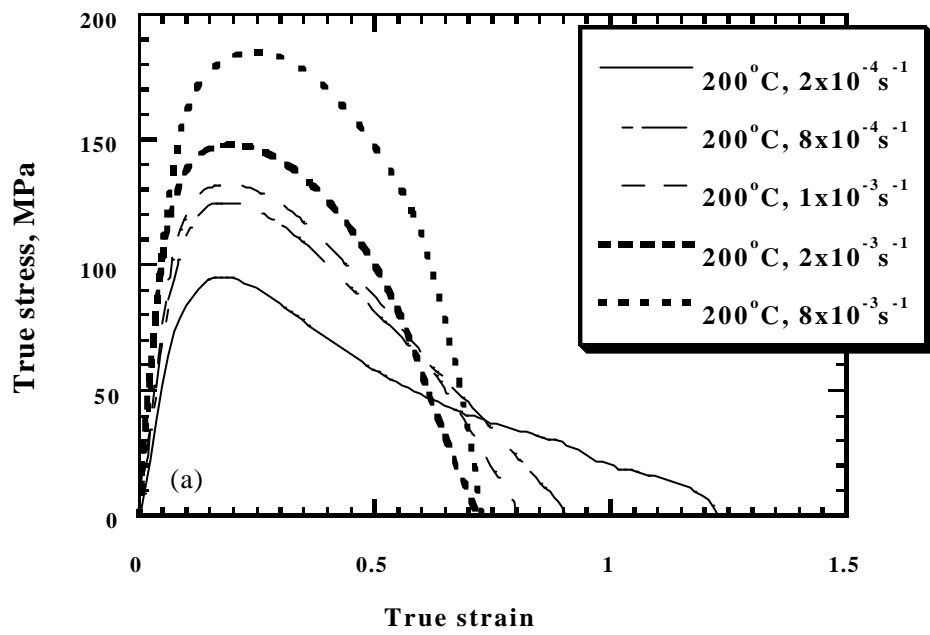
圖十八 AZ91-E2a 試片在 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 在不同溫度下拉伸後之破斷面 (a) 200 °C (b) 250 °C SEM 圖



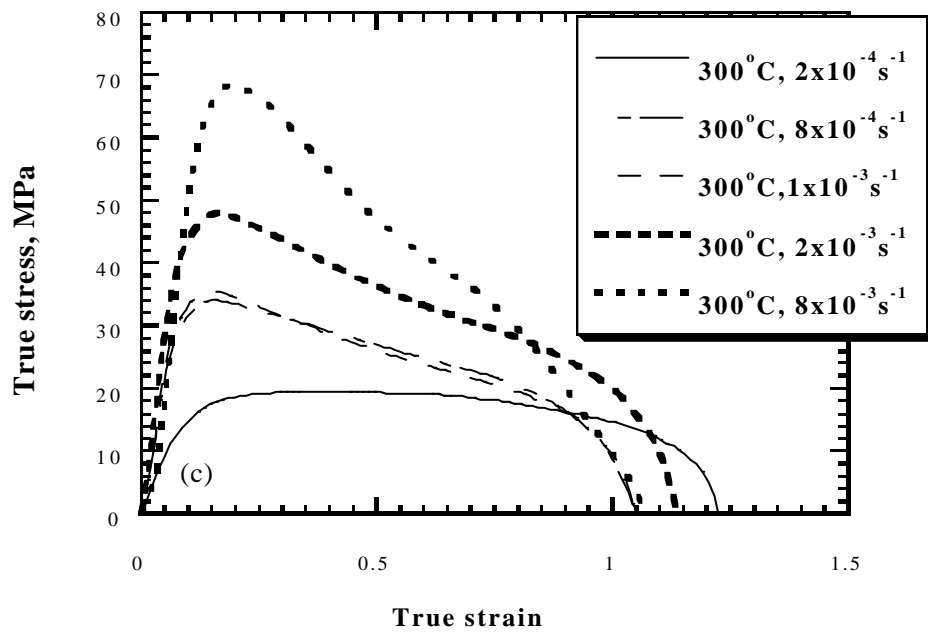
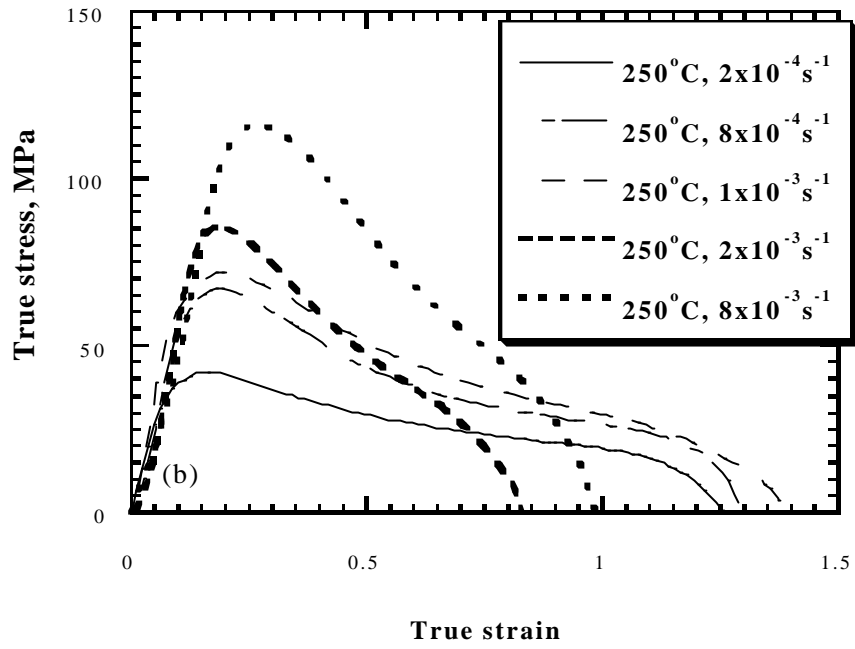
圖十九 AZ91-E2a 試片經過拉伸後晶粒的變化

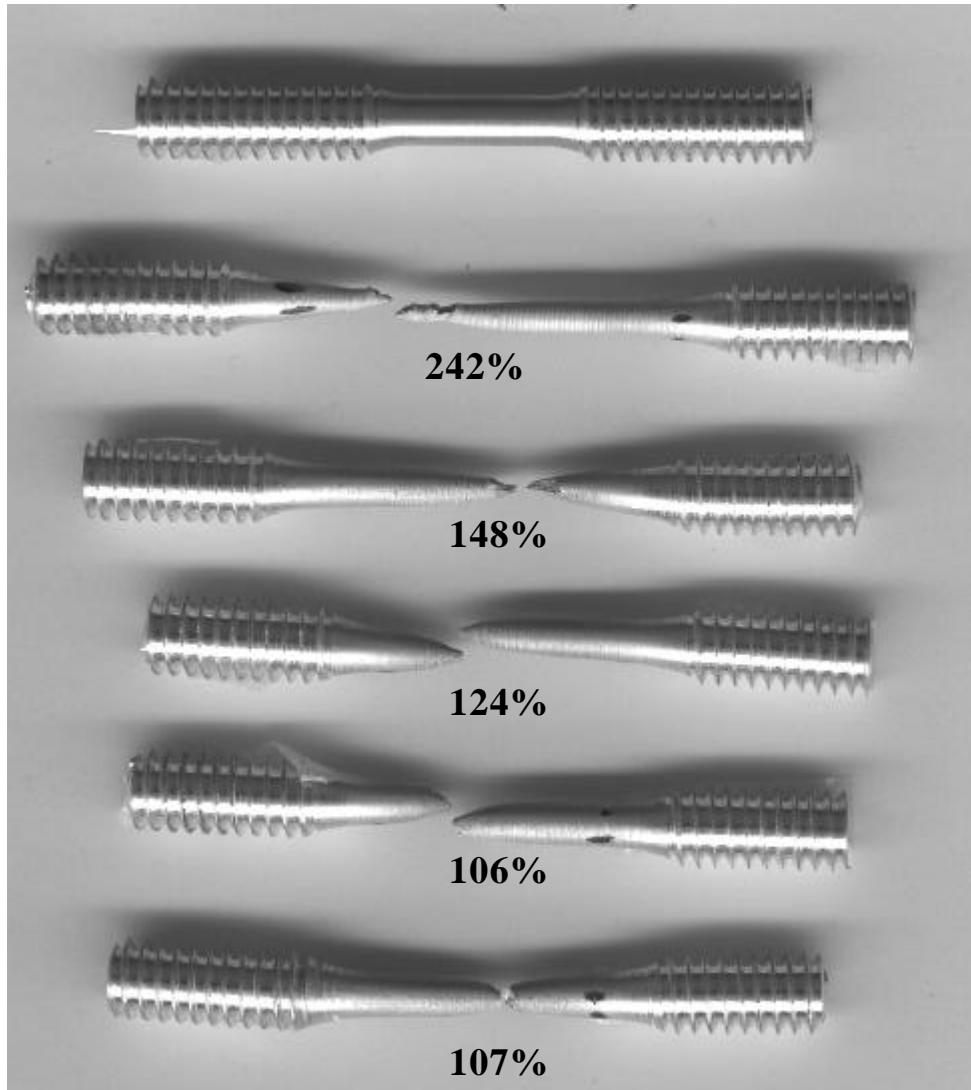


圖二十 Ingot 與 E2 之工程應力應變圖



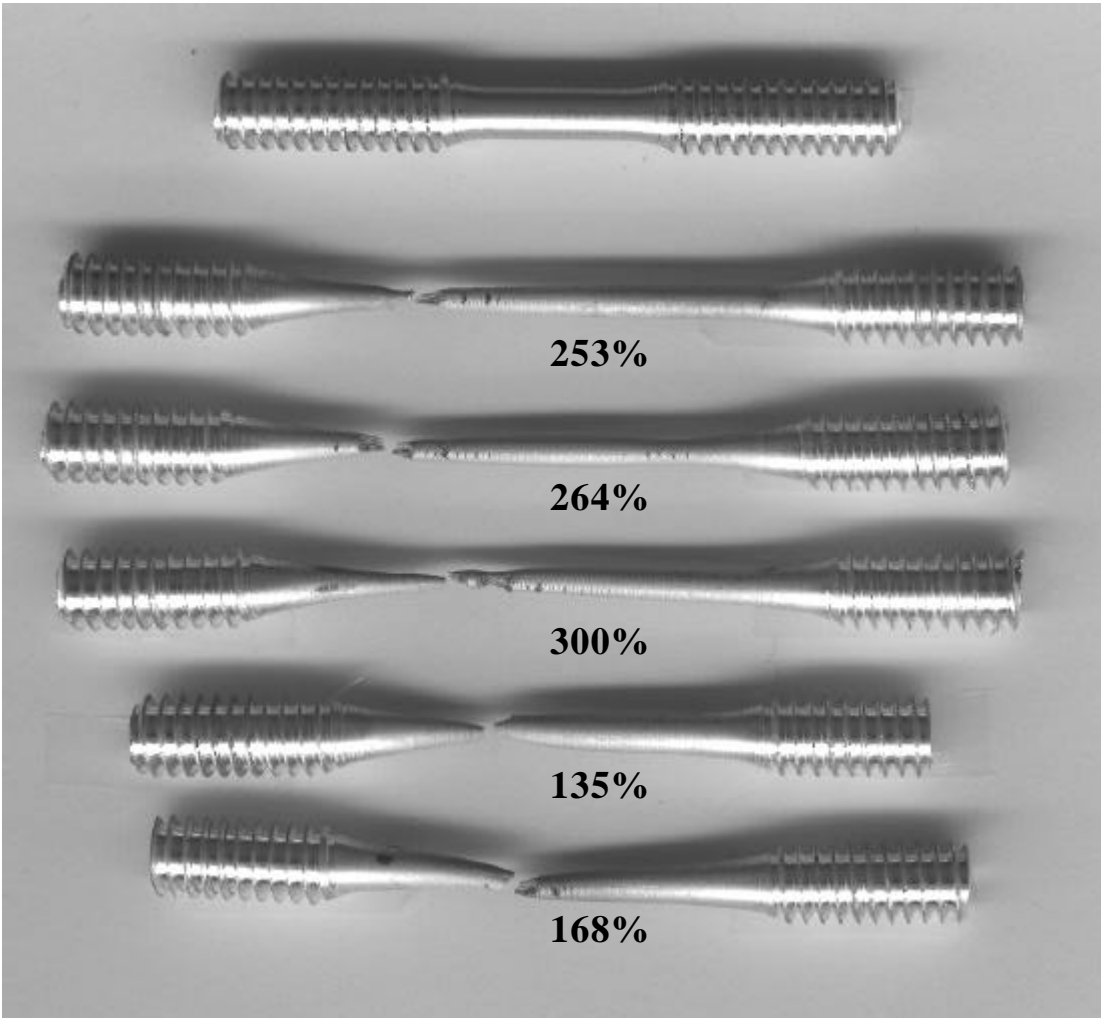
圖二十一 AZ91-E2 試片真實應力應變曲線(a)200 °C;
(b) 250 °C;(c)300 °C 的測試結果。



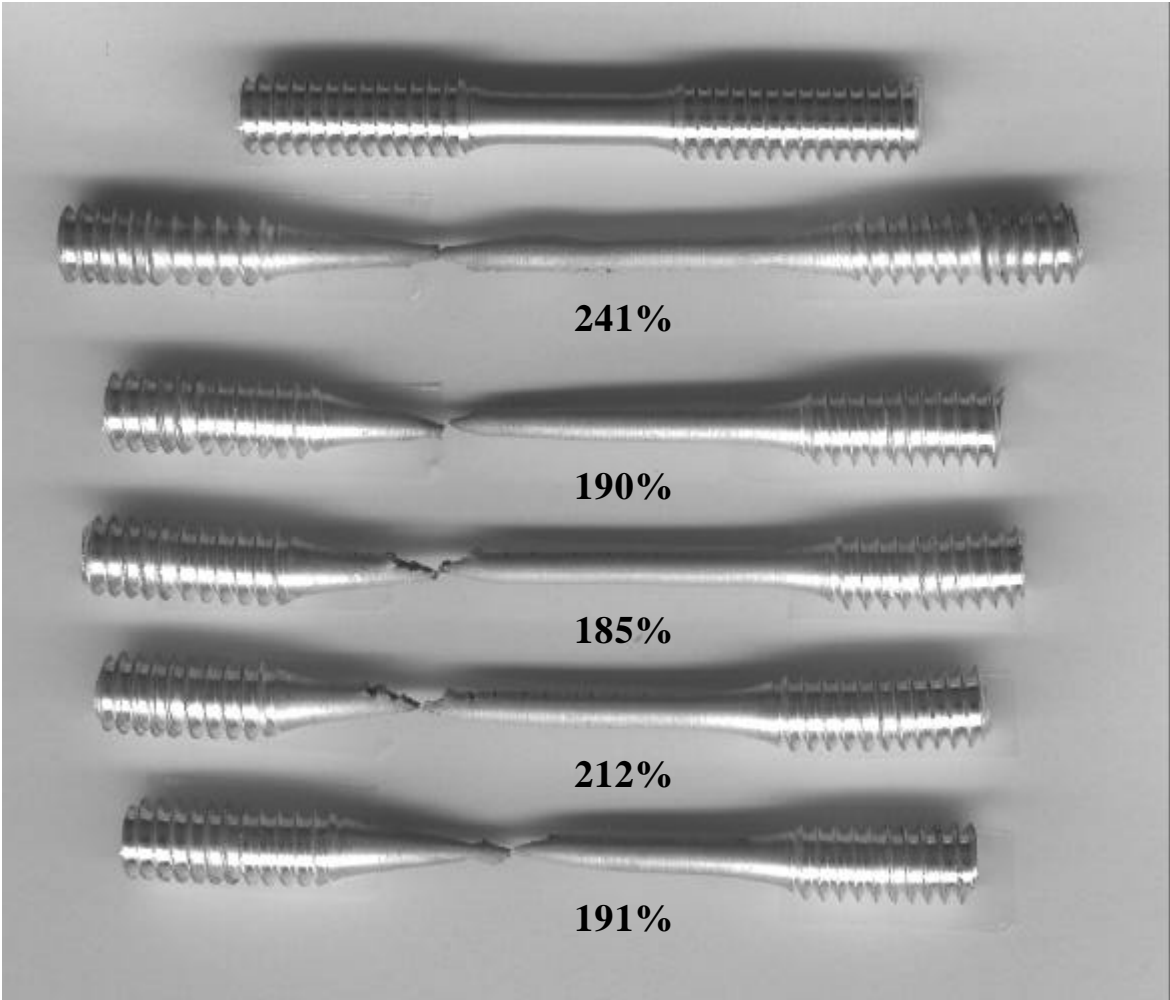


(a)

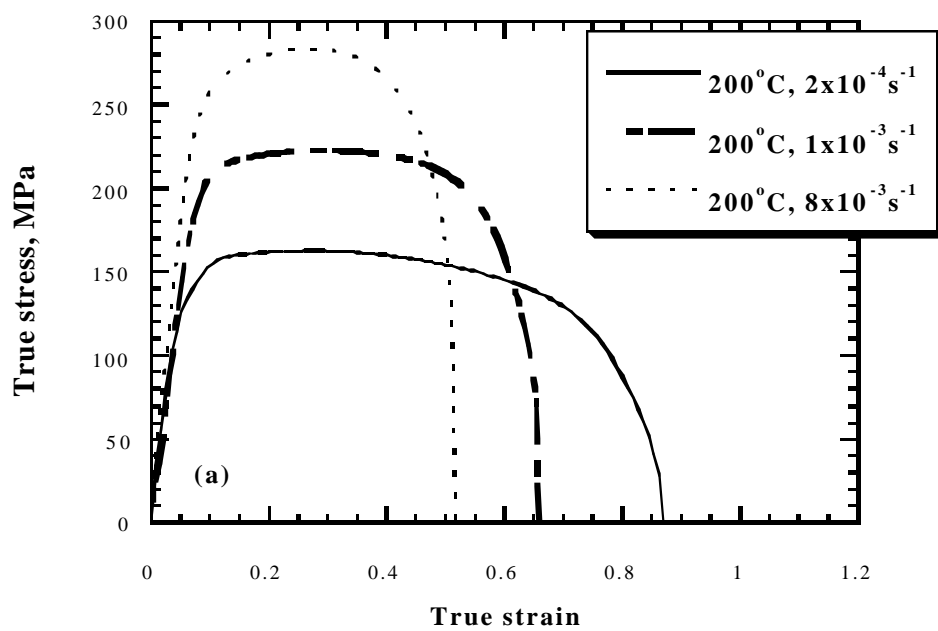
圖二十二 E2 試片在不同溫度拉伸後之變形情況，由上而下排列為拉伸前、 2×10^{-4} 、 8×10^{-4} 、 1×10^{-3} 、 2×10^{-3} 、和 $8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ (a) 200;(b)250 及(c)300 °C 外觀圖



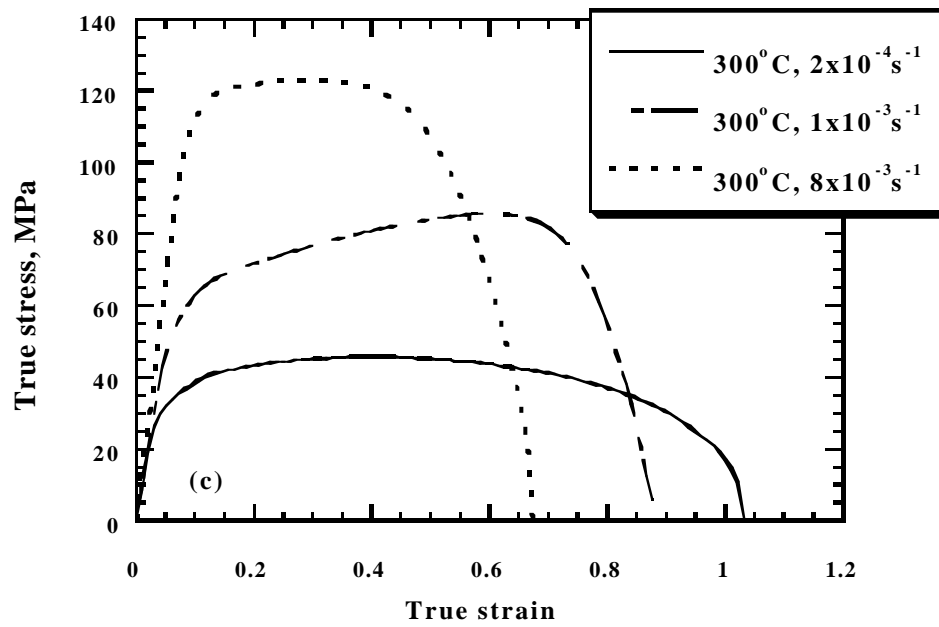
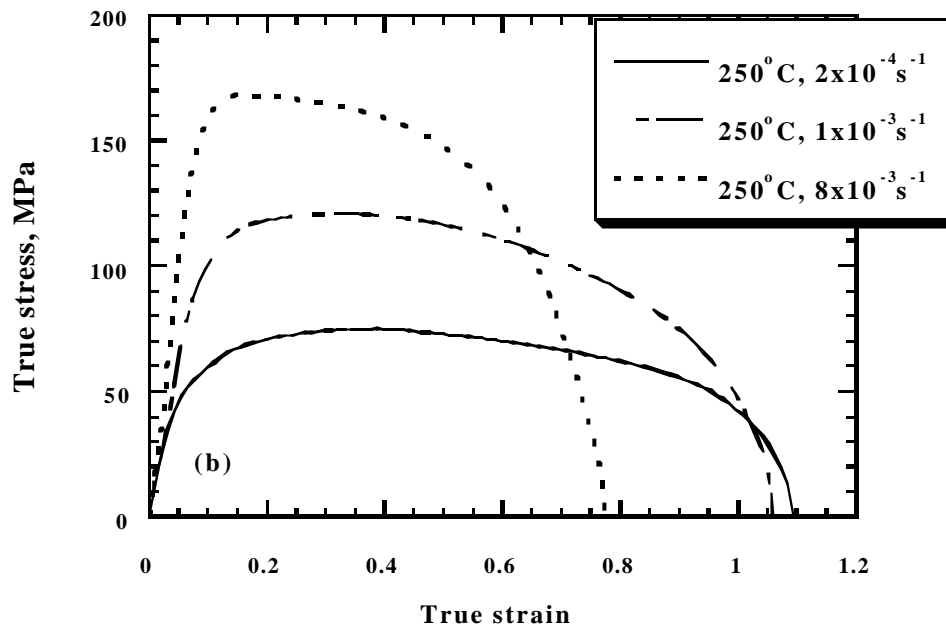
(b)

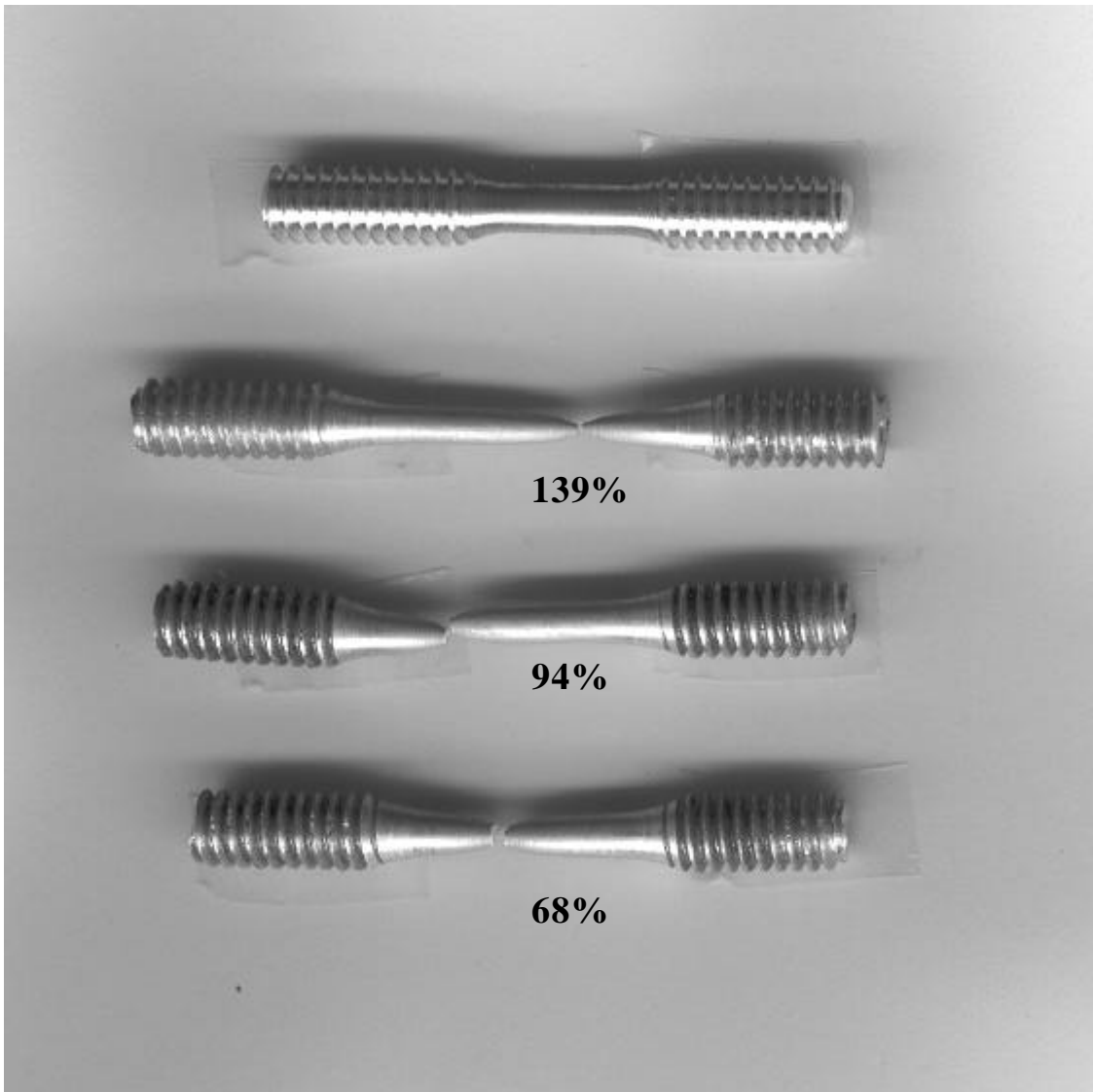


(c)



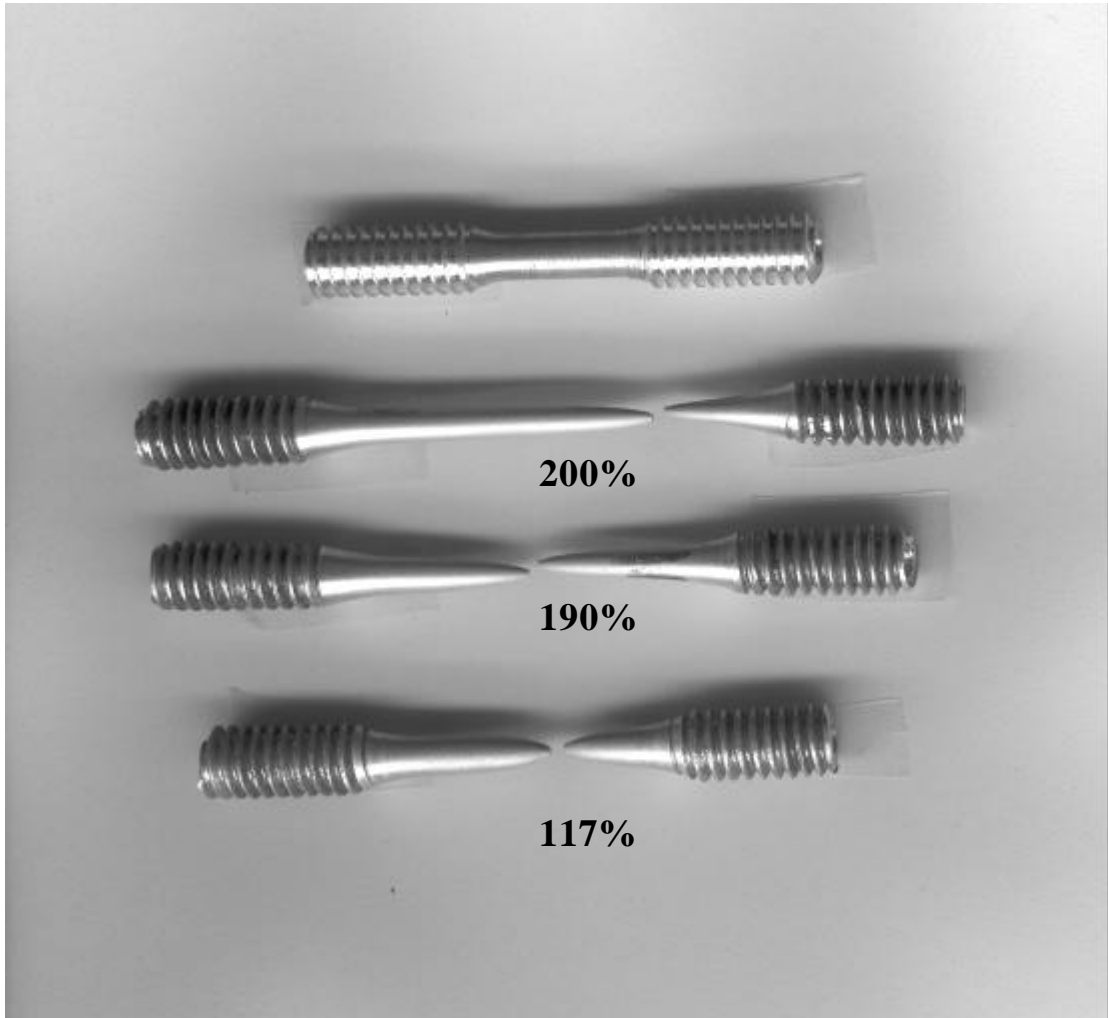
圖二十三 5083 試片真實應力應變曲線(a)200 °C;(b) 250 °C;(c)300 °C 的測試結果



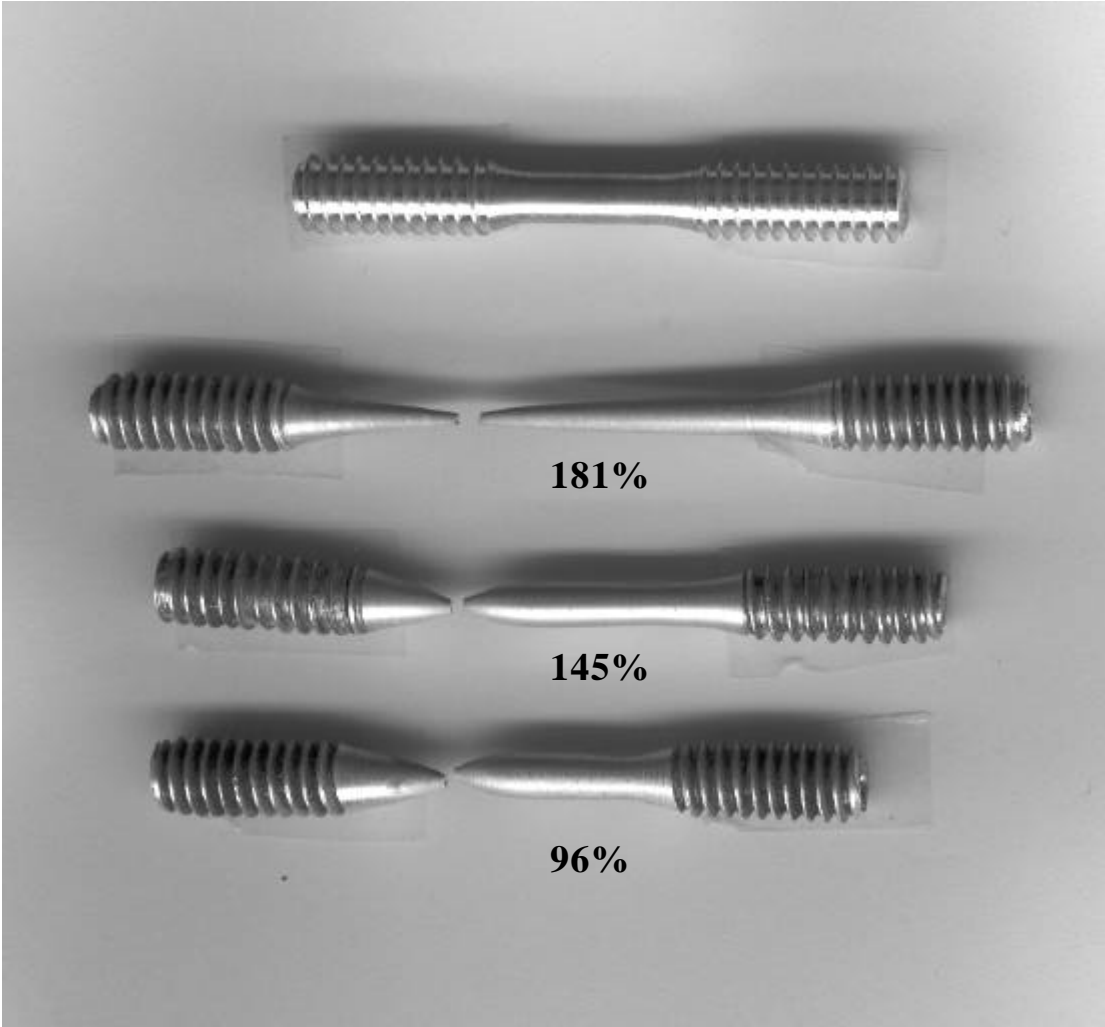


(a)

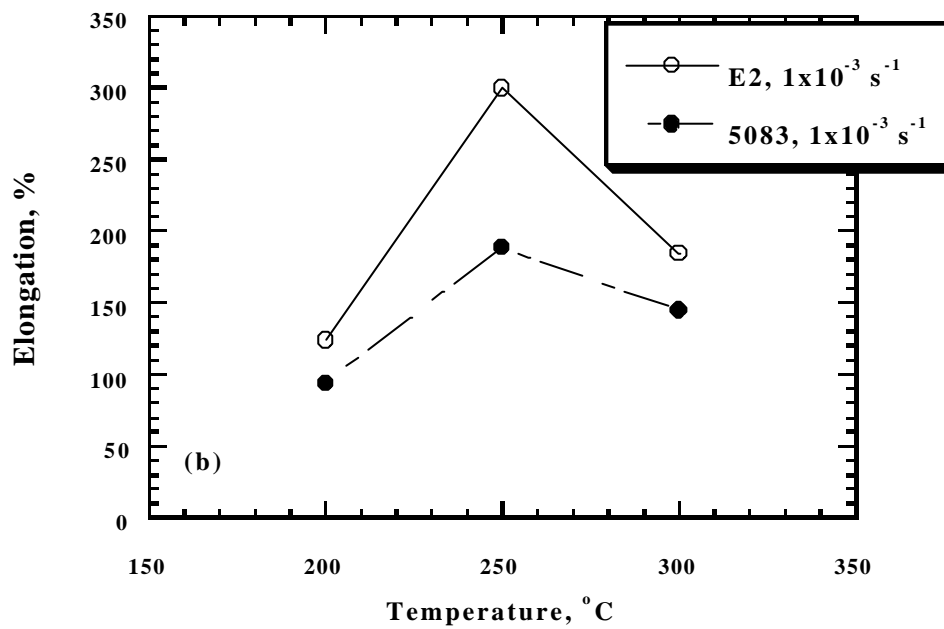
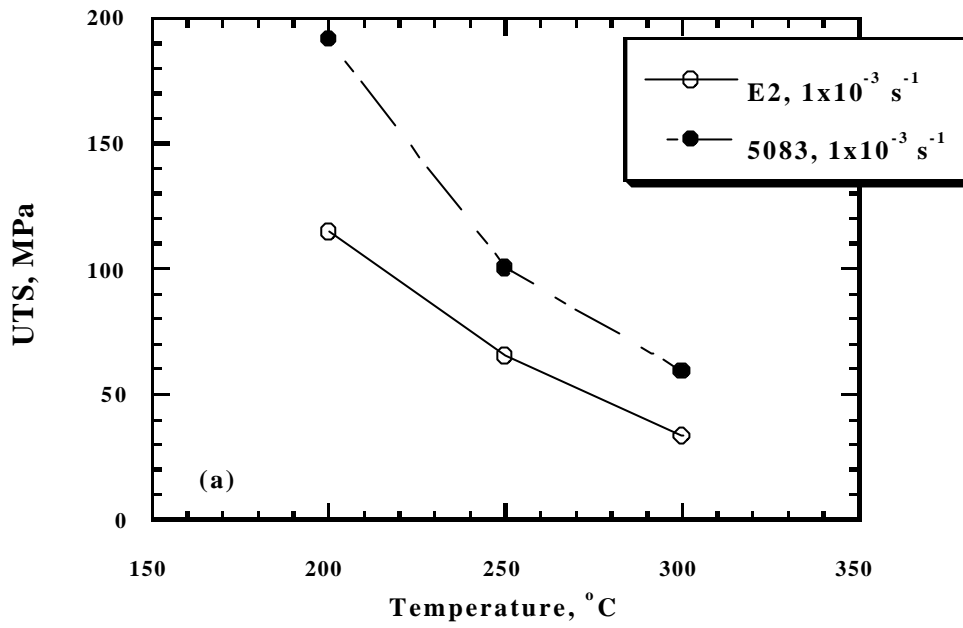
圖二十四 5083 試片在不同溫度拉伸後之變形情況，由上而下排列為拉伸前、 2×10^{-4} 、 1×10^{-3} 和 $8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ (a) 200;(b)250 及(c)300 °C 外觀圖



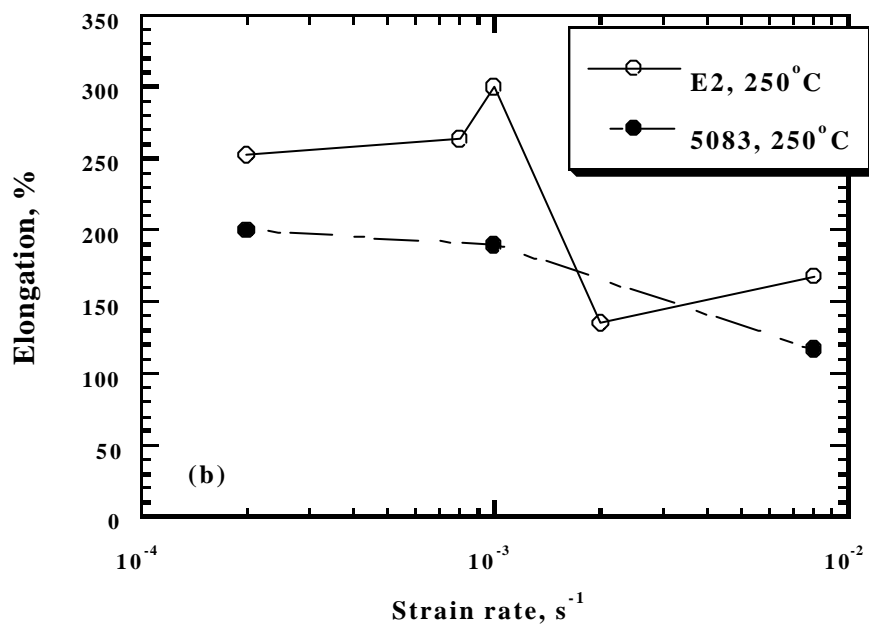
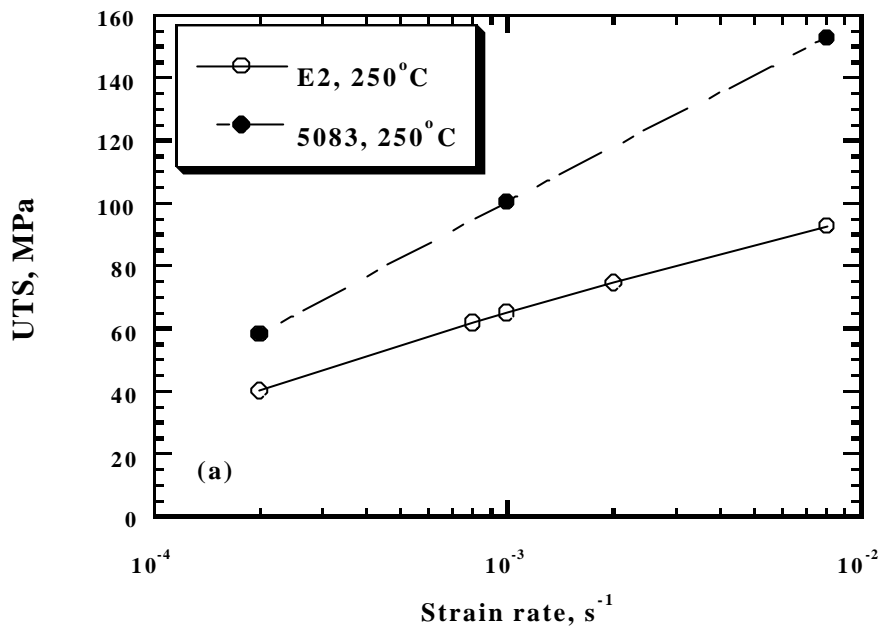
(b)



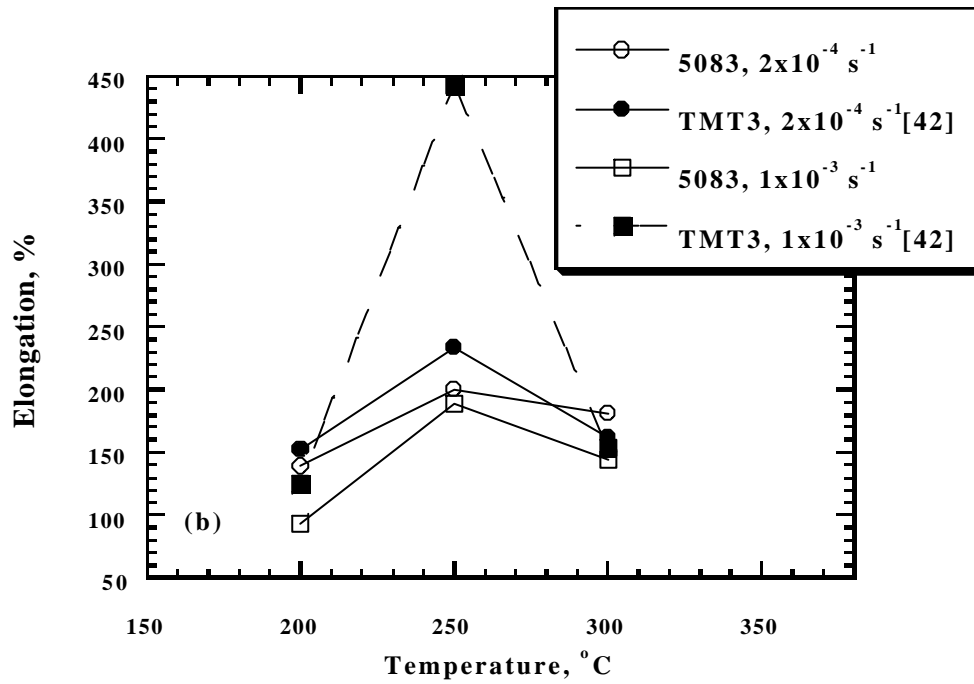
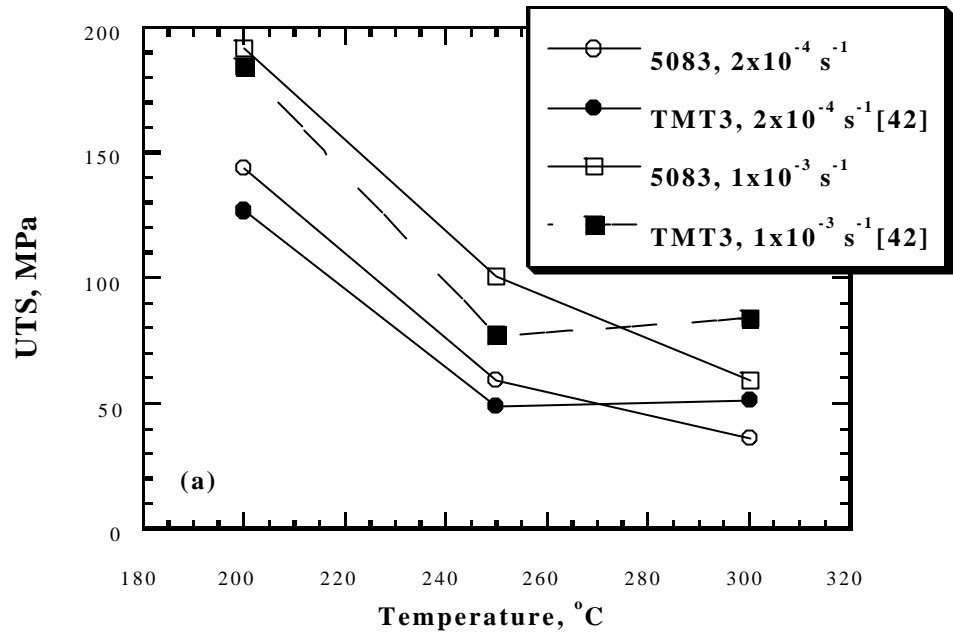
(c)



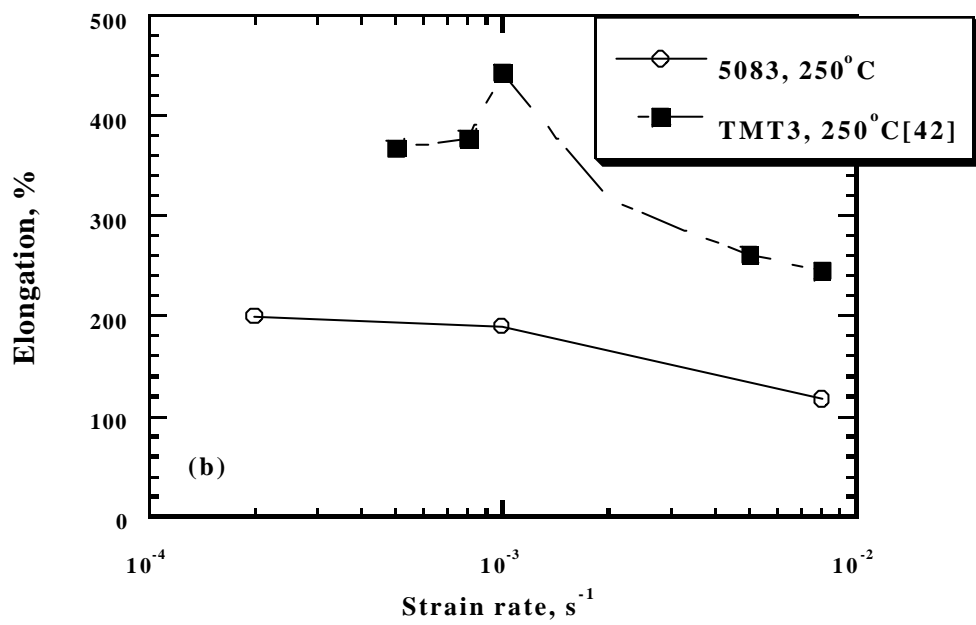
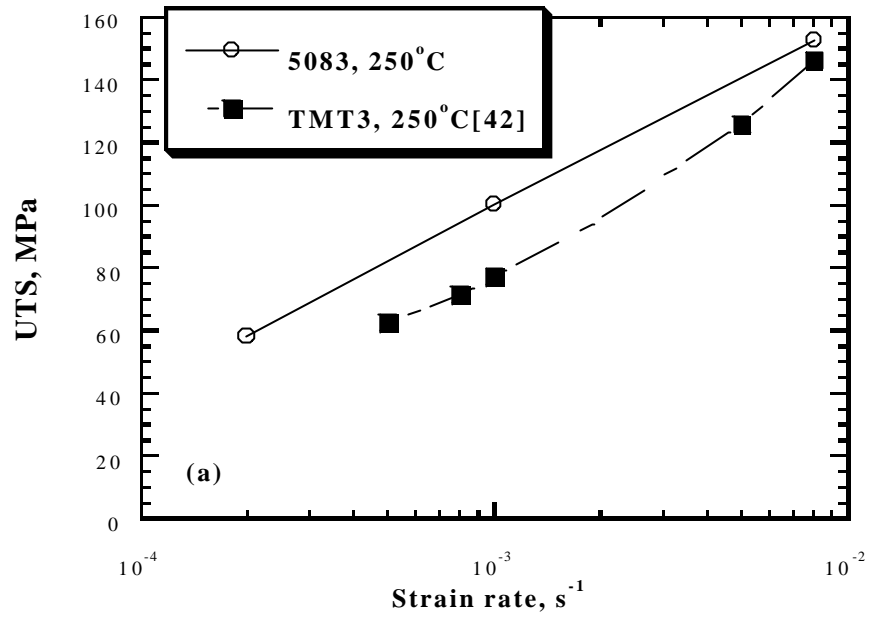
圖二十五 E2 及 5083 之(a)抗拉強度;(b)伸長量對拉伸溫度的關係圖



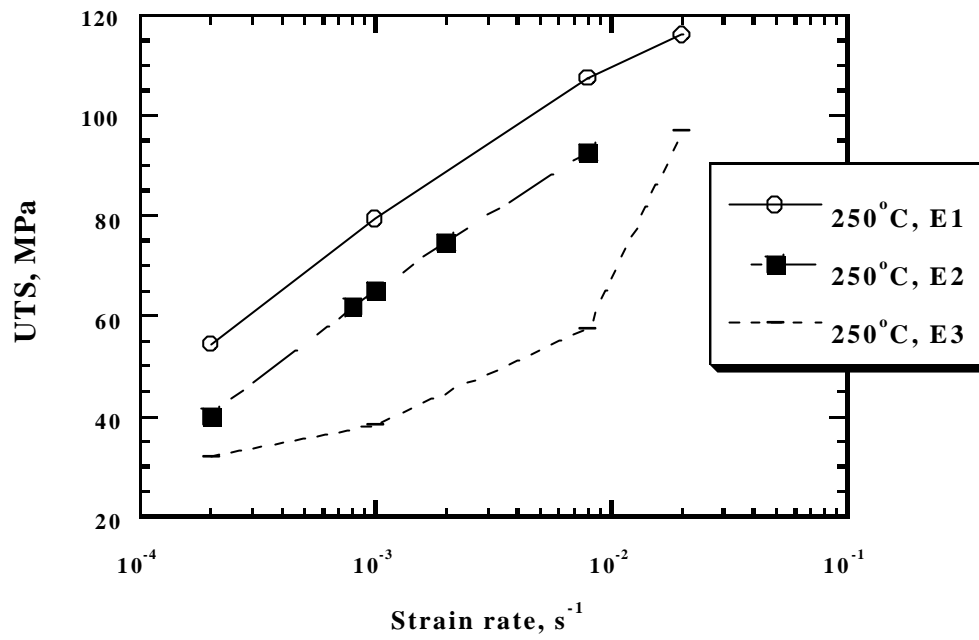
圖二十六 E2 及 5083 之(a)抗拉強度;(b)伸長量對拉伸速率的關係圖



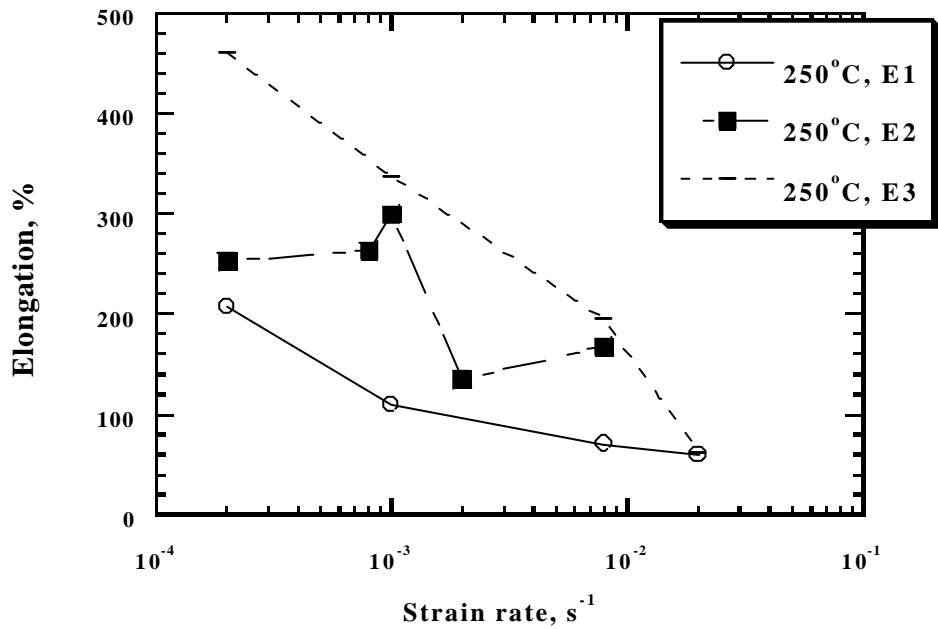
圖二十七 5083 在不同加工條件之 (a)抗拉強度;(b)伸長量對拉伸溫度的關係圖



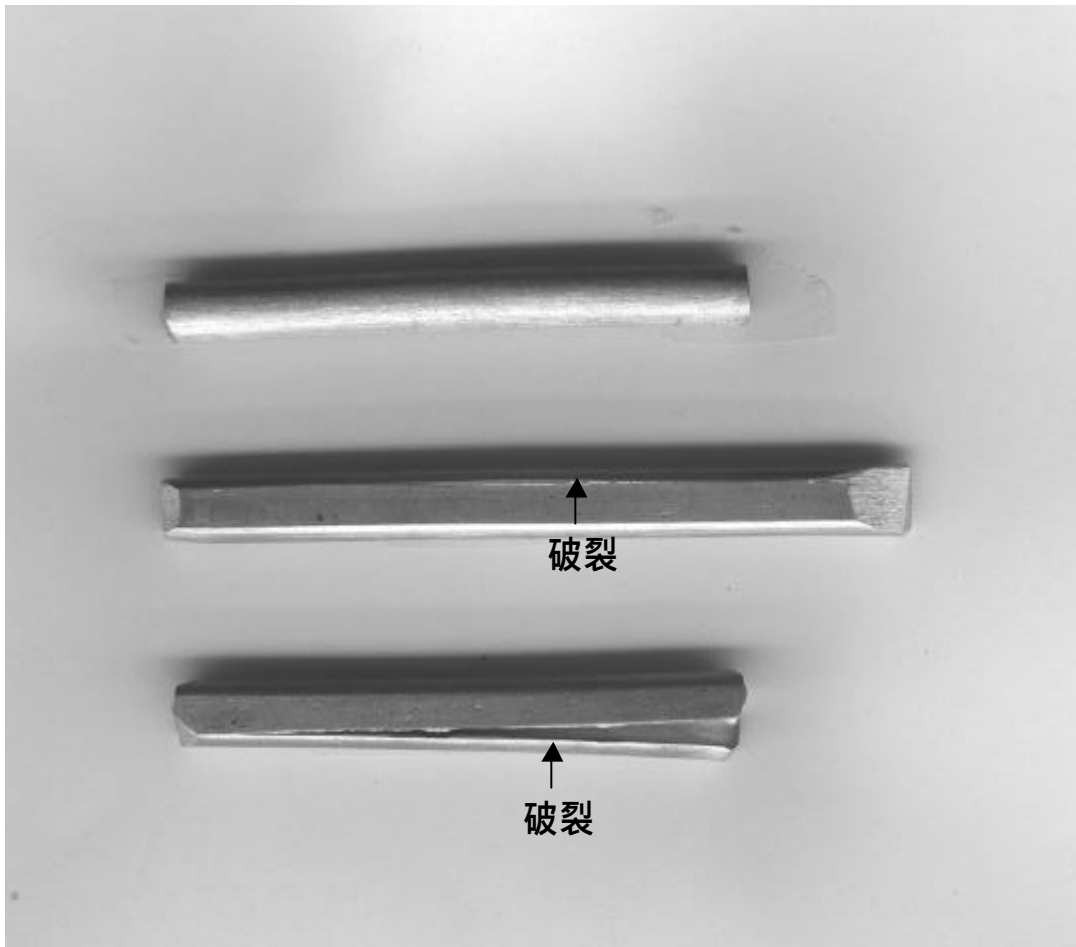
圖二十八 5083 在不同加工條件之(a)抗拉強度;(b)伸長量對拉伸速率的關係圖



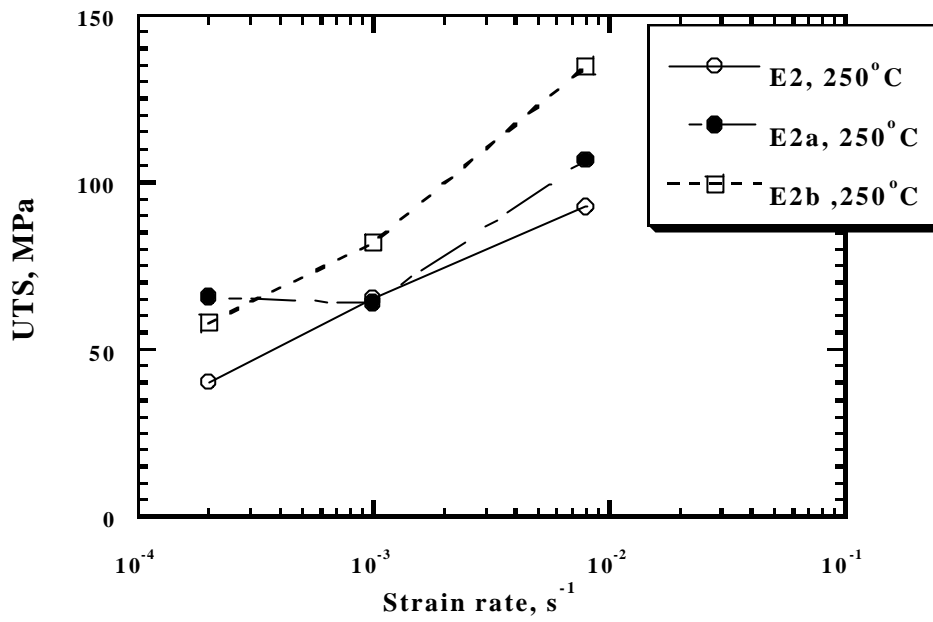
圖二十九 在 250 °C 不同應變速率下，不同加工量所對應的抗拉強度



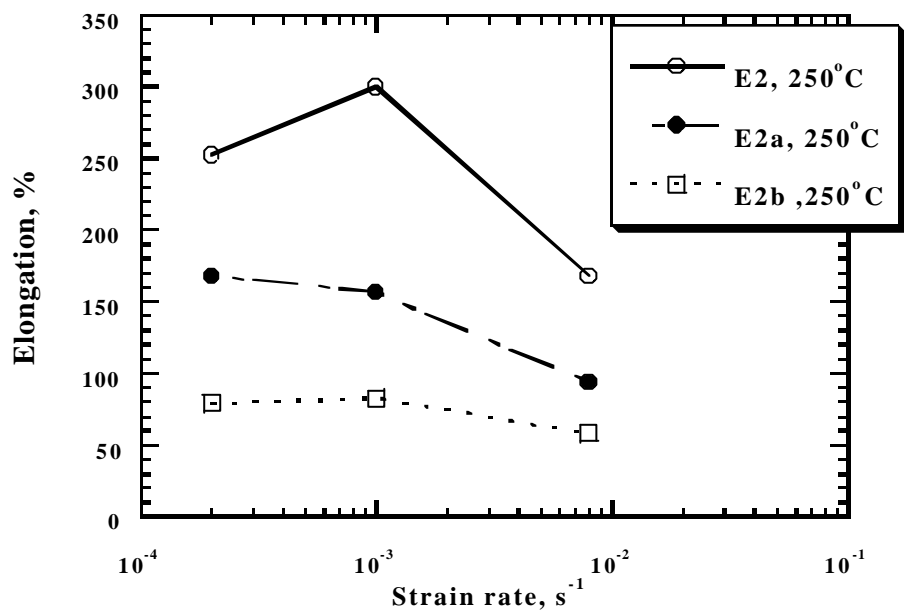
圖三十 在 250 °C 不同應變速率下，不同加工量所對應的伸長度



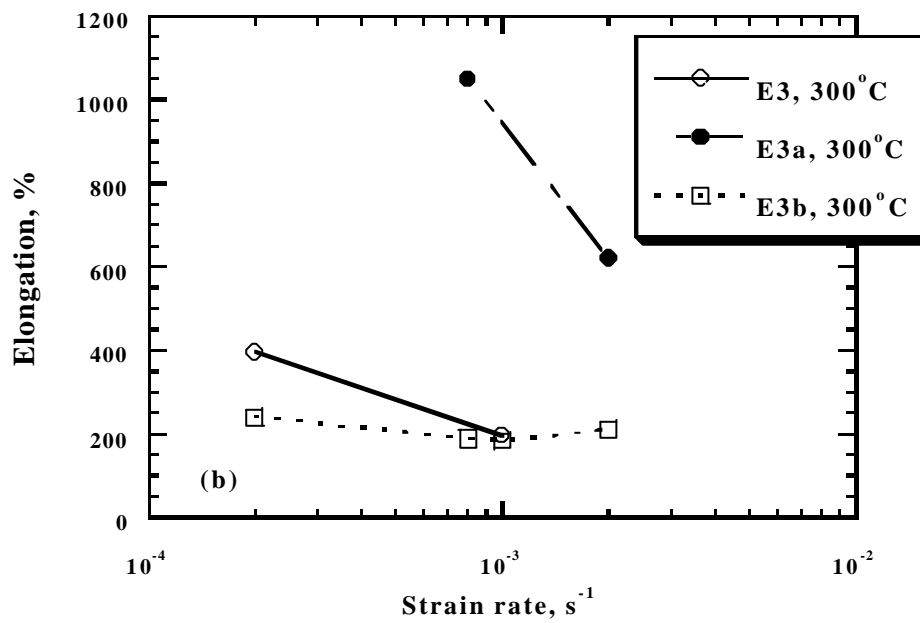
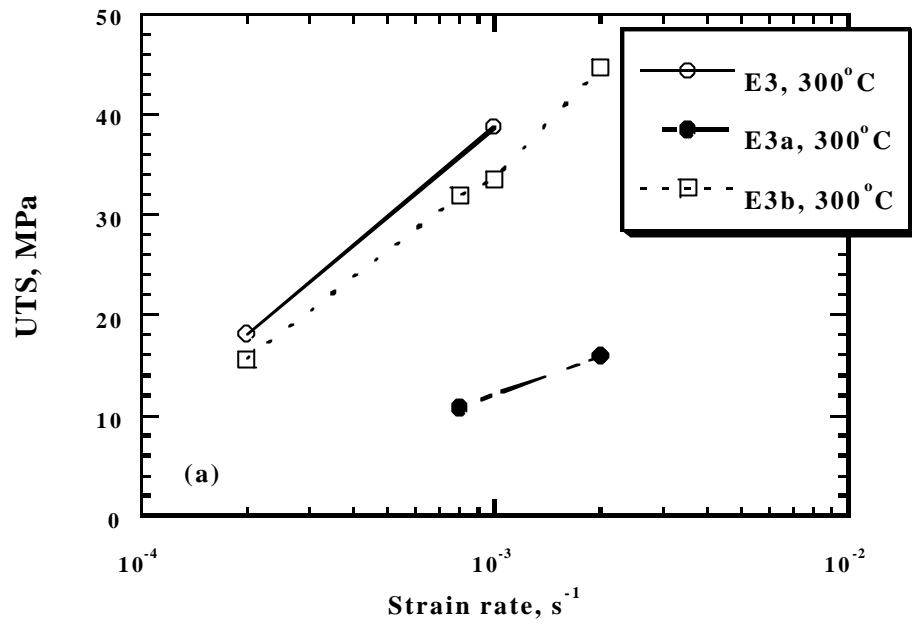
圖三十一 E2 試片再進行熱壓延所造成的破裂



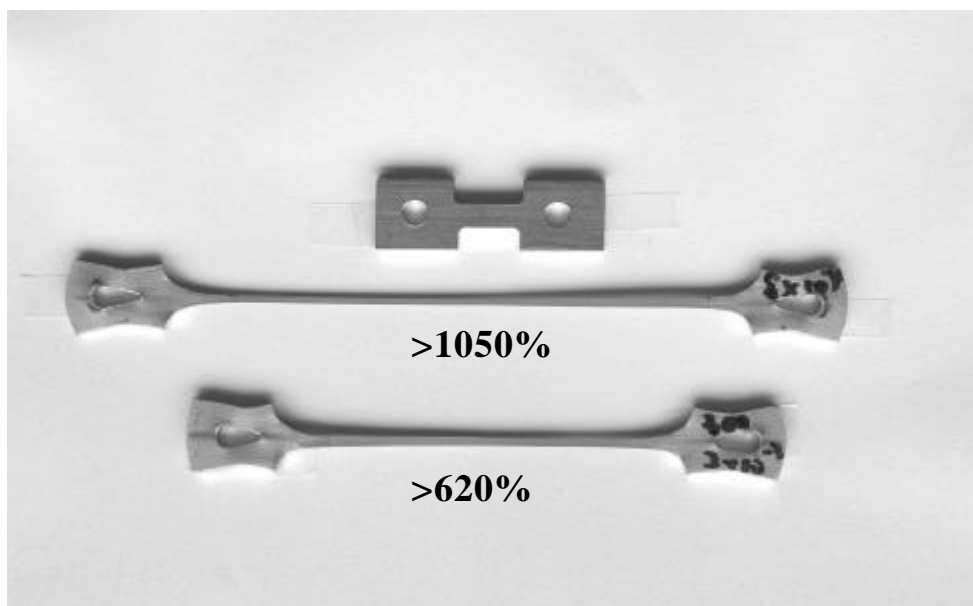
圖三十二 E2、E2a 及 E2b 在 250 °C 時，不同應變速率所對應的抗拉強度



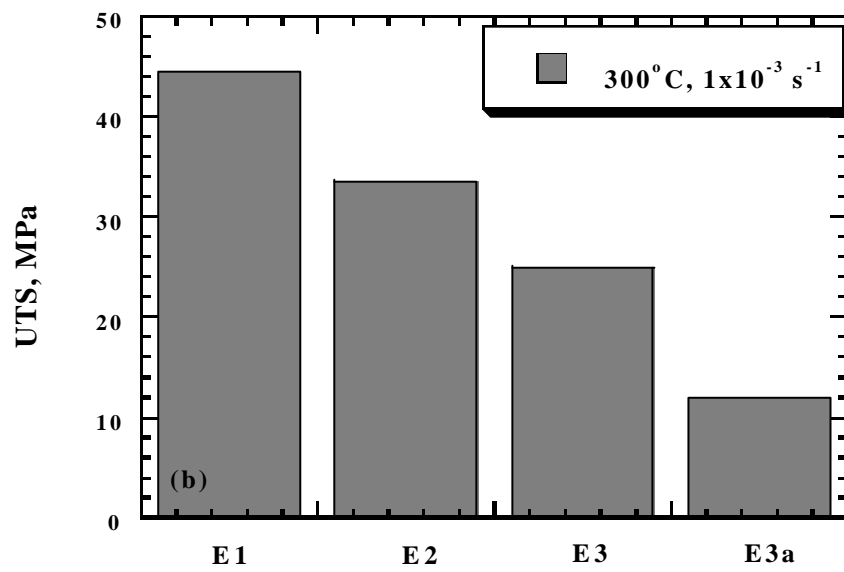
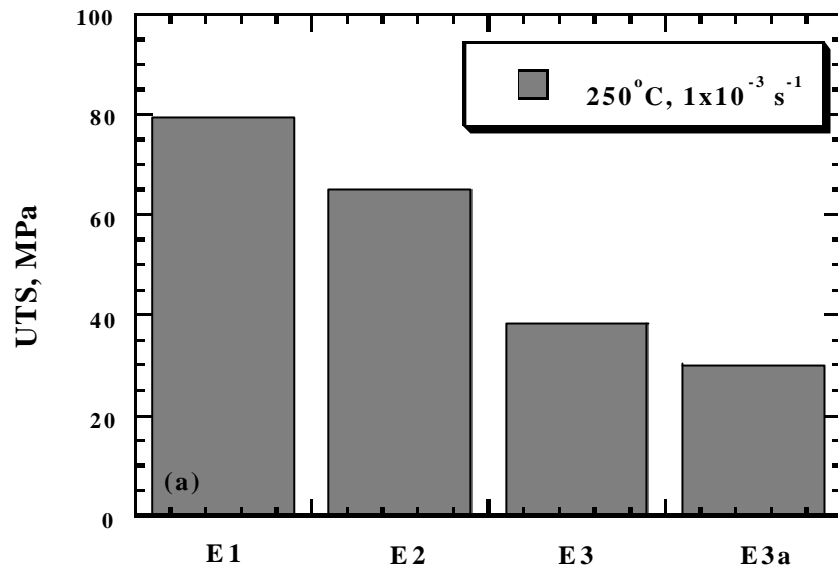
圖三十三 E2、E2a 及 E2b 在 250 °C 時，不同應變速率所對應的伸長量



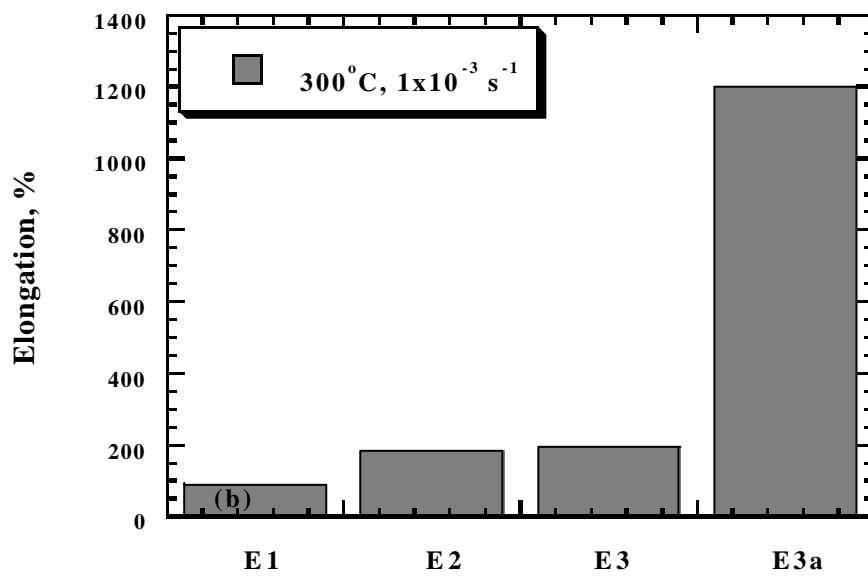
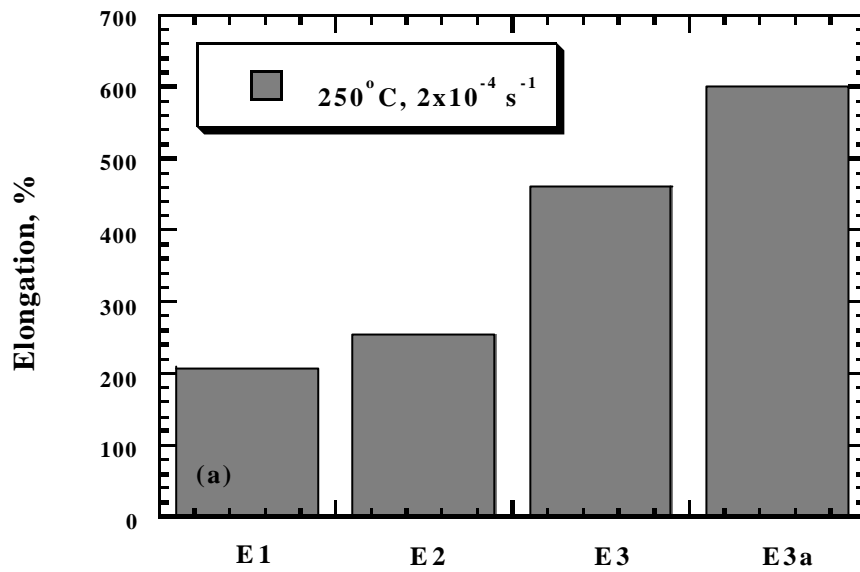
圖三十四 E3、E3a 和 E3b 在 300 °C 下(a)抗拉強度;(b)伸長量對拉伸速率的關係圖



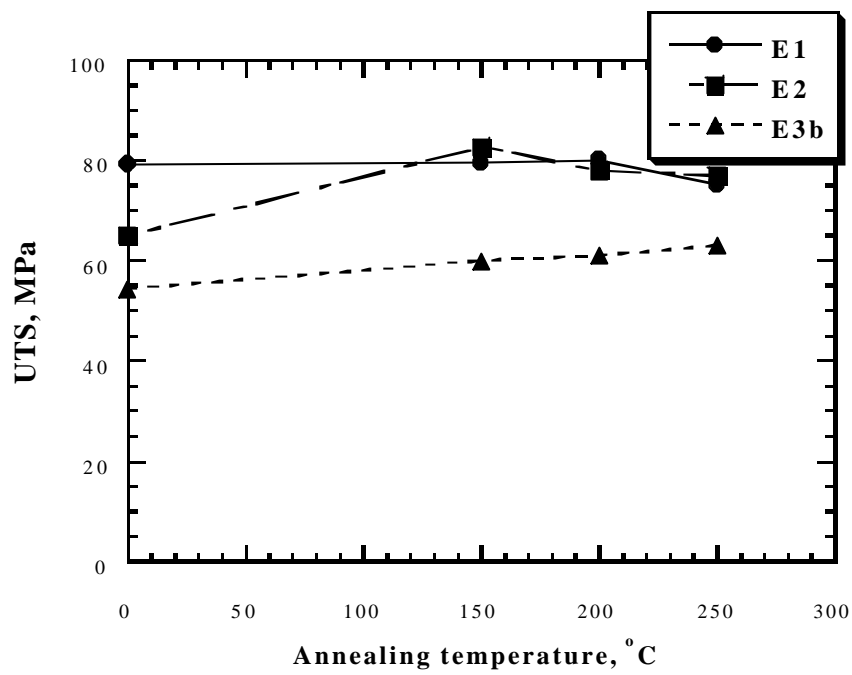
圖三十五 E3a 試片在 $300\text{ }^{\circ}\text{C}$, $8 \times 10^{-4}\text{ s}^{-1}$ 和 $2 \times 10^{-3}\text{ s}^{-1}$ 拉伸後的外觀圖



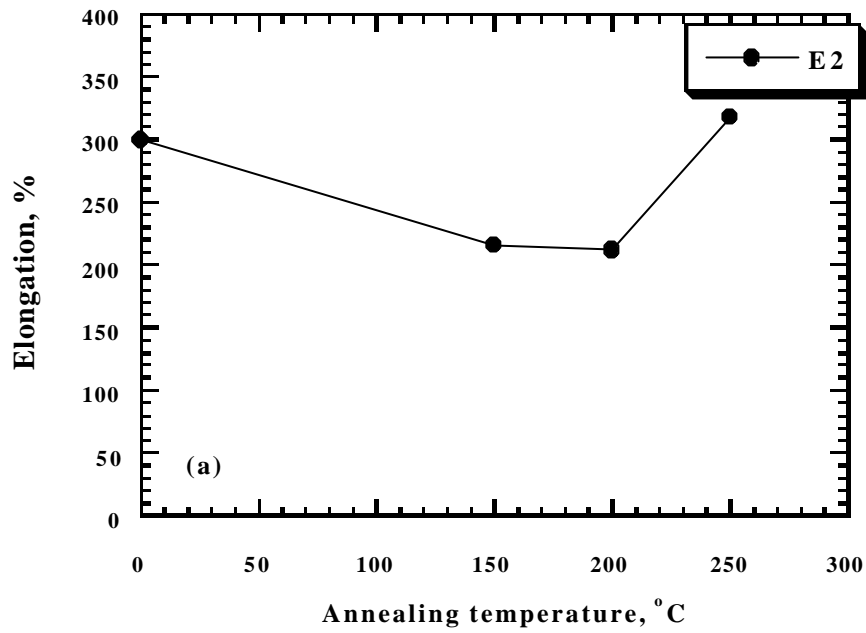
圖三十六 E1、E2、E3 及 E3a 試片在(a)250 °C , (b)300 °C , $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 之拉伸條件下所對應的 UTS



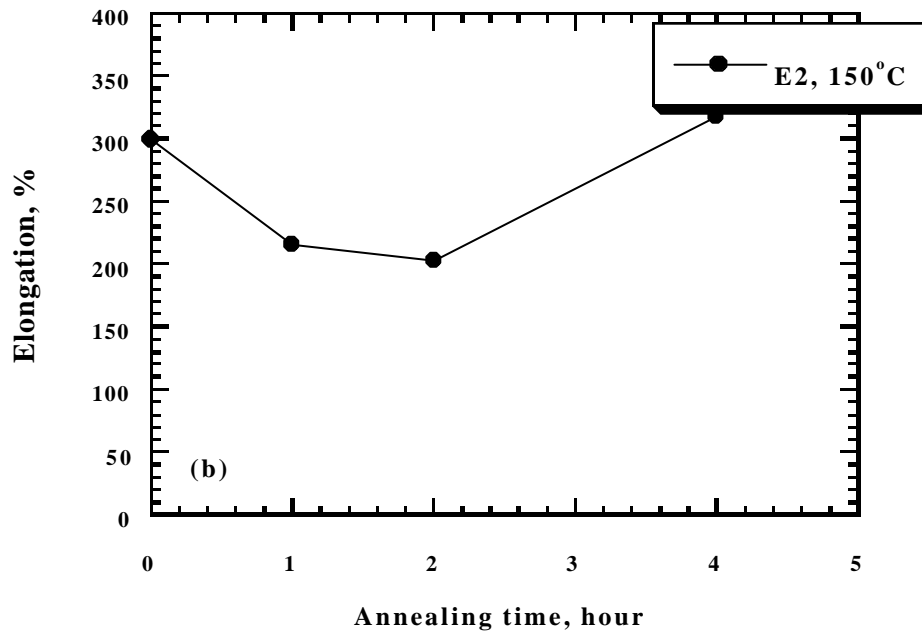
圖三十七 E1、E2、E3 及 E3a 試片在(a)250 °C;(b)300 °C , 2x10⁻⁴ s⁻¹ 及 1x10⁻³ s⁻¹ 之拉伸條件下所對應的伸長量



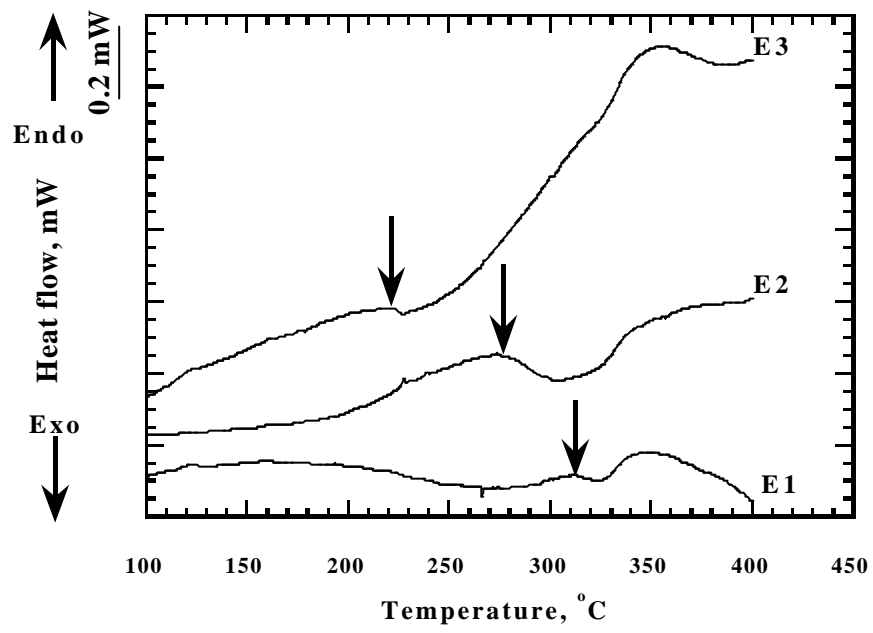
圖三十八 E1、E2 和 E3b 試片退火 150、200 和 250 °C, 1 小時在 250 °C, 1×10^{-3} s⁻¹ 時的抗拉強度



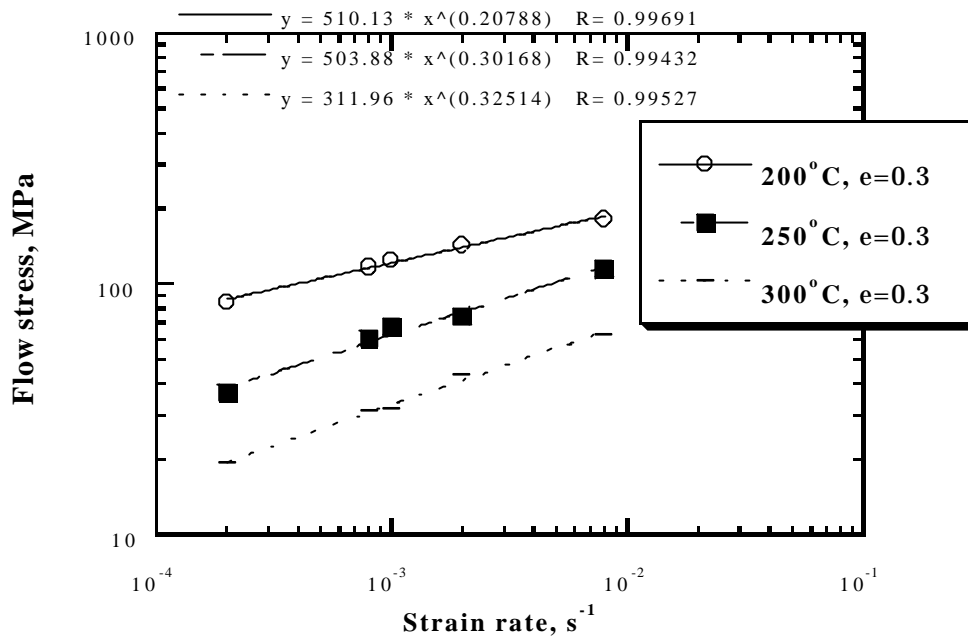
圖三十九 (a) E2 於 150、200 和 250 °C，1 小時退火後，在 250 °C 與 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 時的伸長量



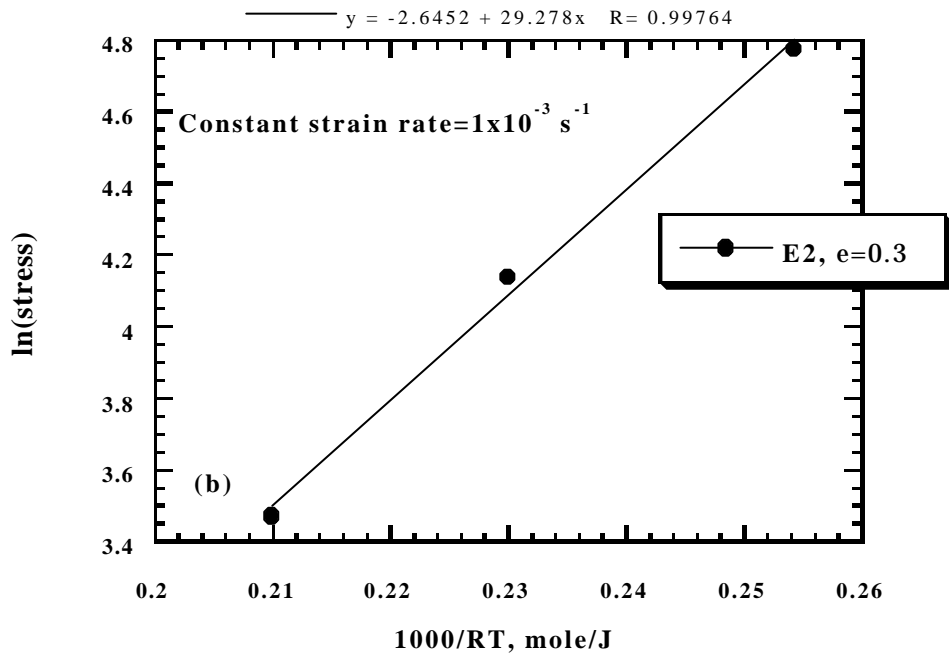
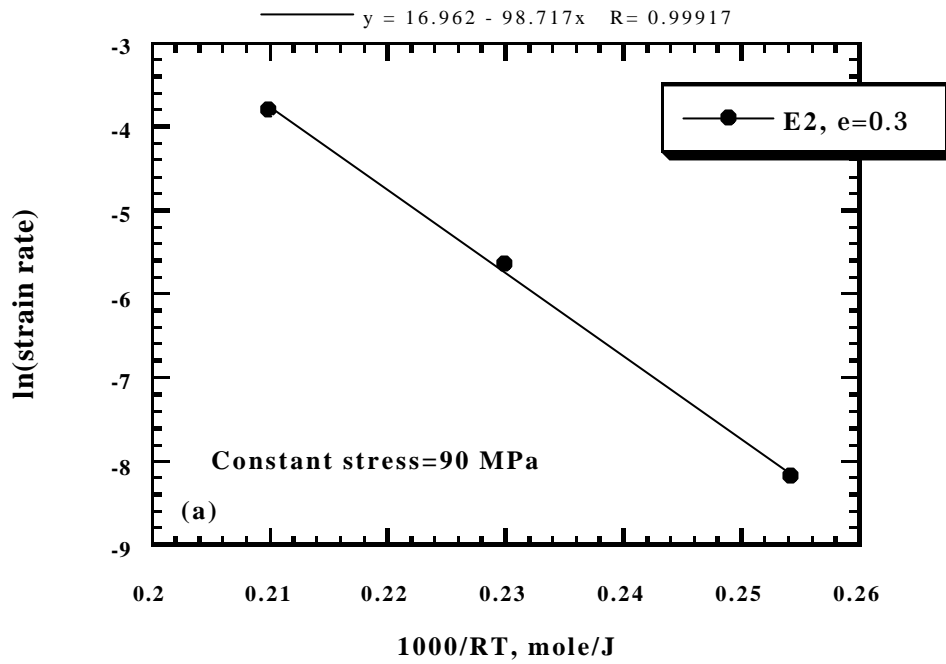
圖三十九 (b) E2 試片 150 °C 退火 1, 2, 4 小時後，在 250 °C 與 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 時的伸長量。



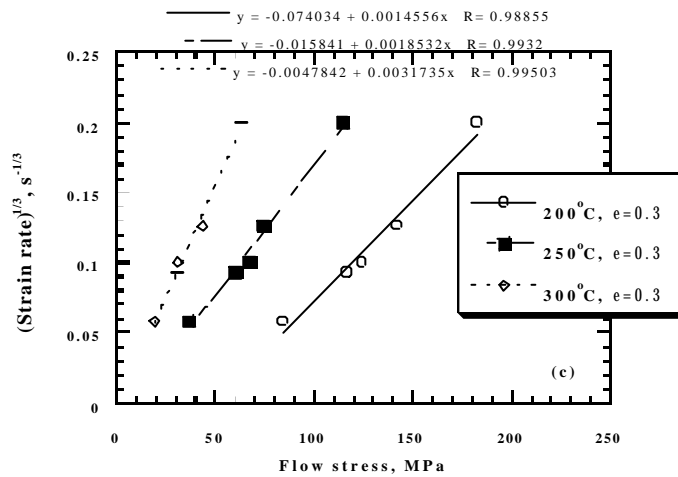
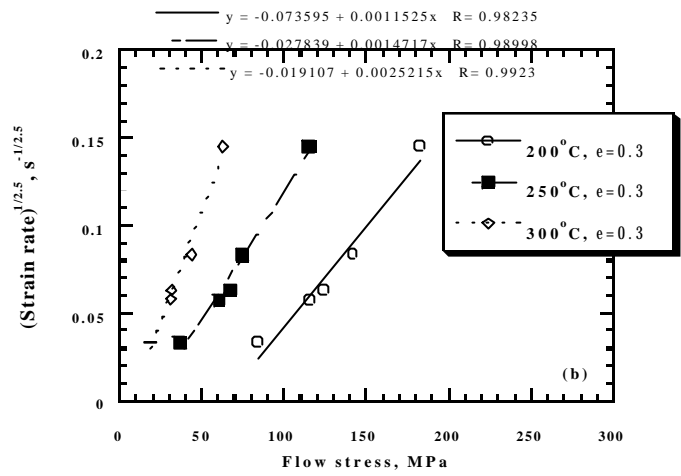
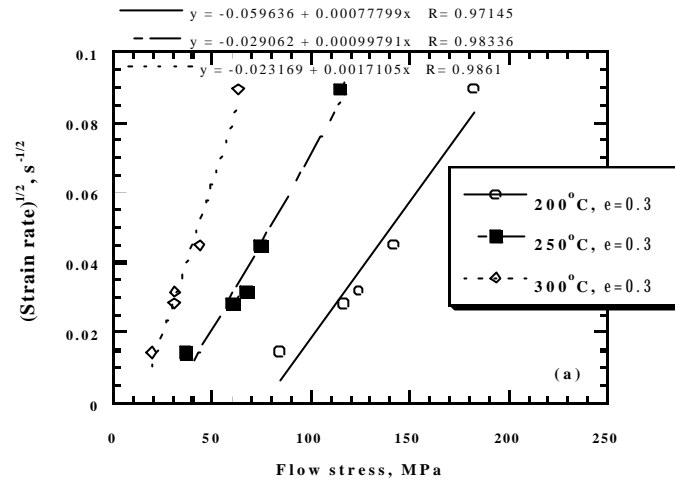
圖四十 不同加工試片之熱分析圖



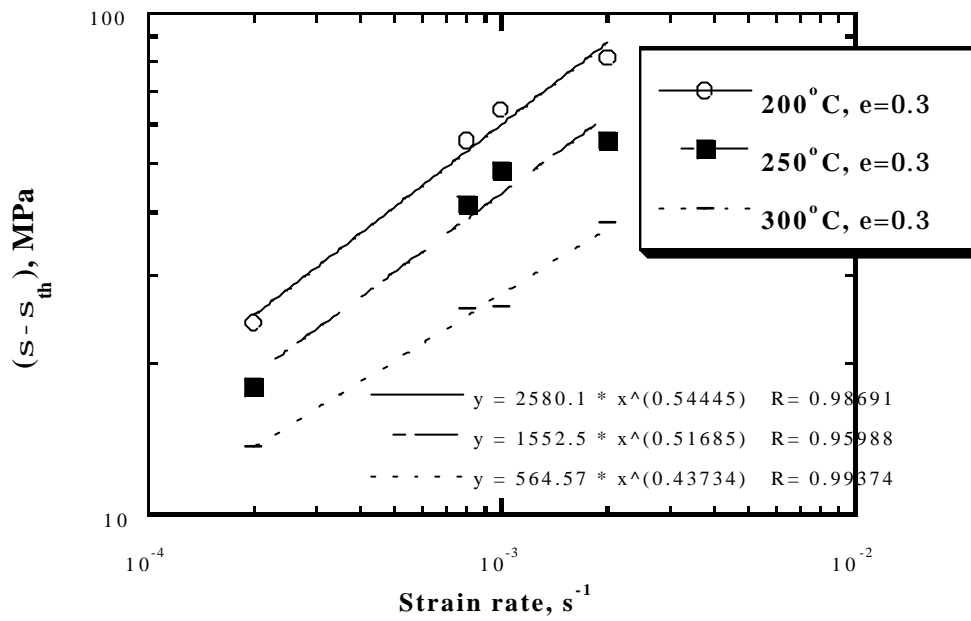
圖四十一 E2 試片在 200、250 及 300 °C 時,流應變與應變速率之關係圖



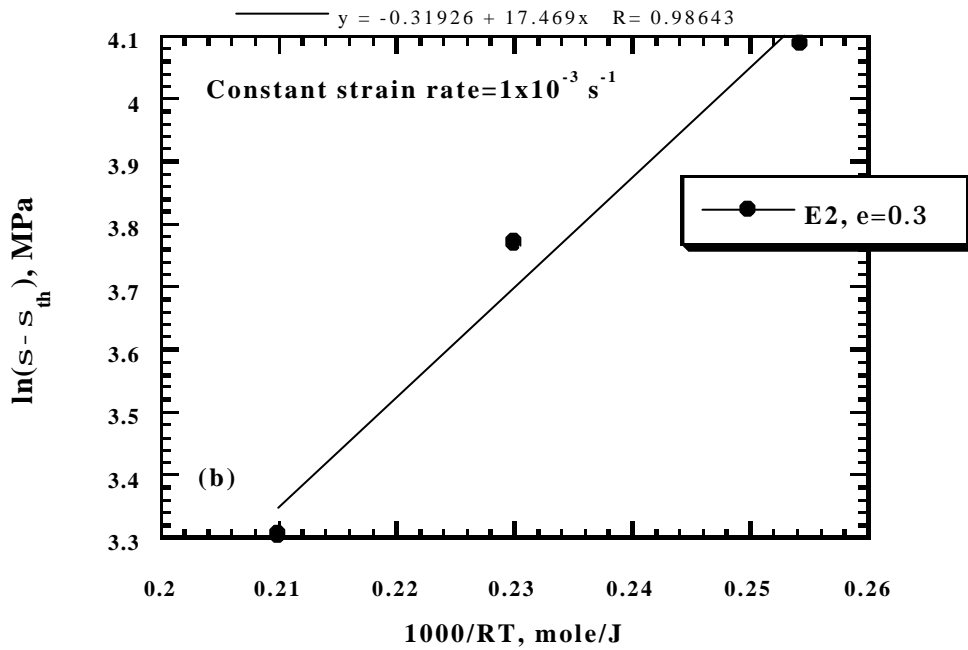
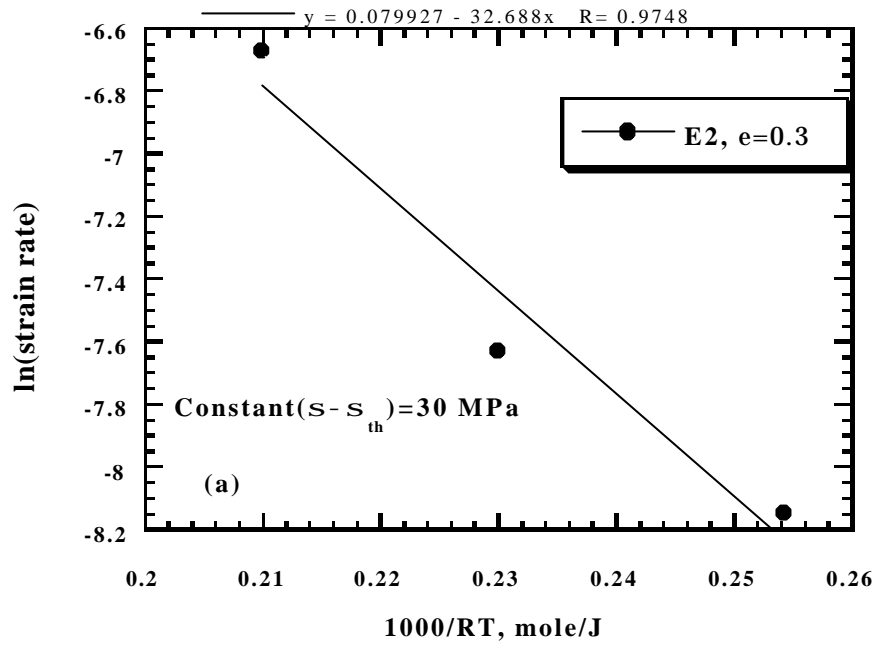
圖四十二 E2 試片在 200~300 °C 之溫度區間，(a)固定應力值為 90 MPa，以 $\ln \dot{\epsilon}$ 對 $1000/RT$ 作圖；(b)固定應變速率為 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 以 $\ln \sigma$ 對 $1000/RT$ 作圖



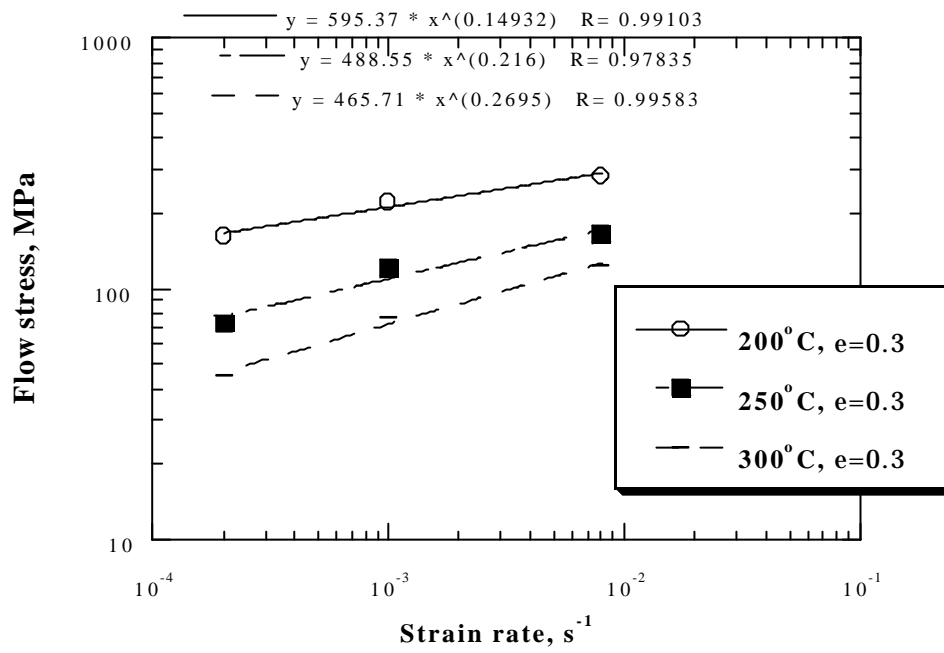
圖四十三 在 200~300 °C 之溫度區間，以 n 等於(a)2 : (b)2.5 : (c)3 : 帶入 $e^{y/n}$ 對 σ 作圖



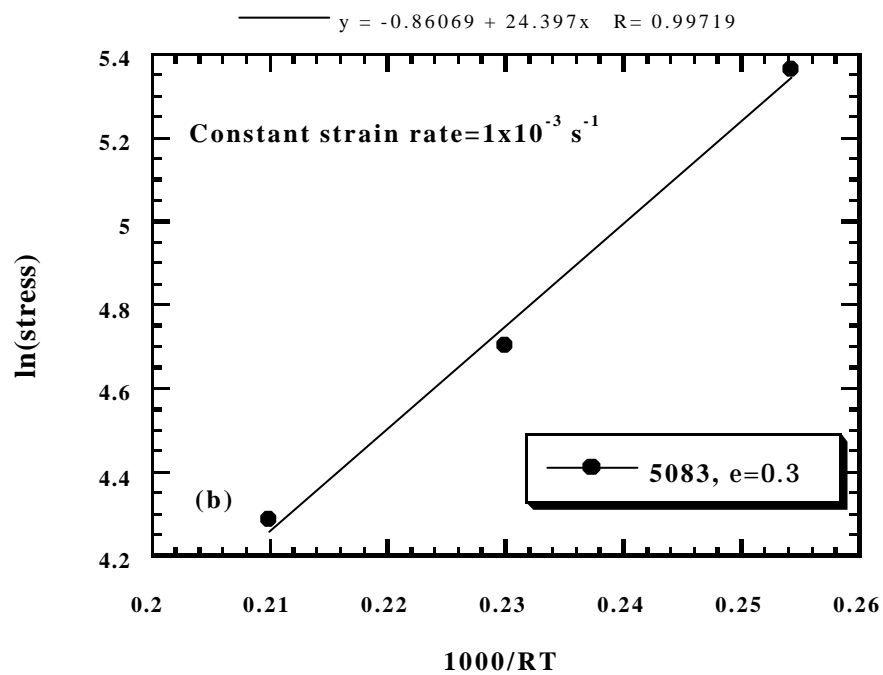
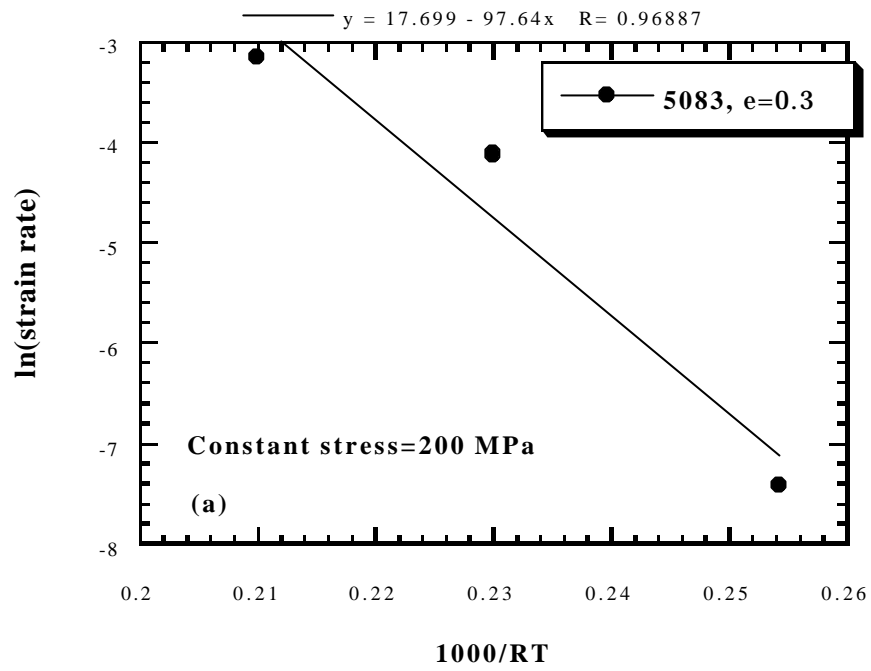
圖四十四 E2 試片在 200~300 °C 之溫度區間，並考慮初始應力值，其有效應力值對應變速率之關係圖。



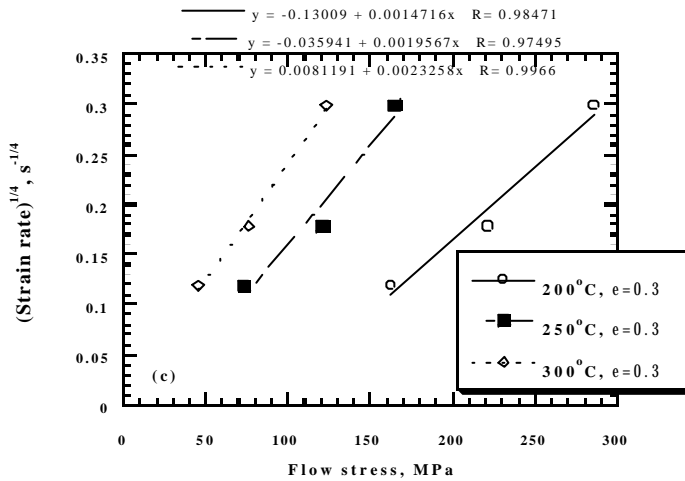
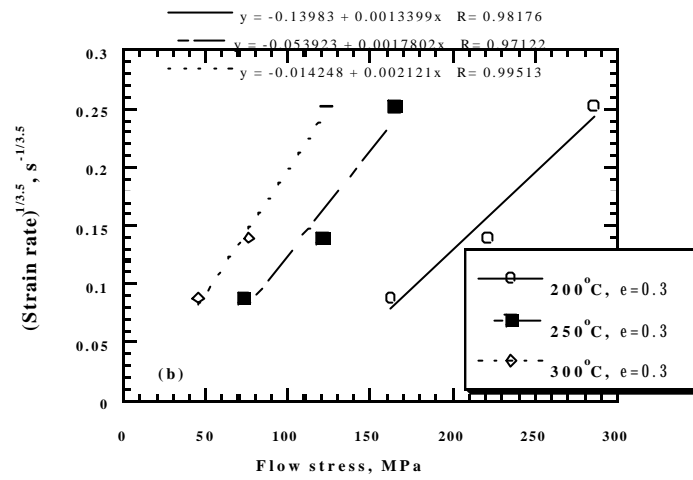
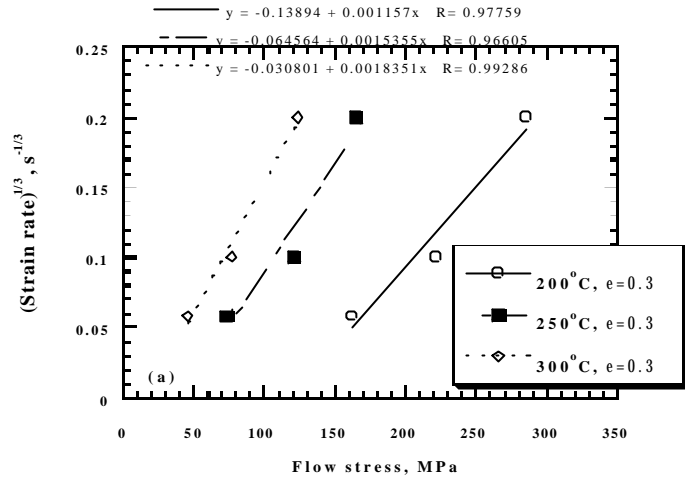
圖四十五 E2 試片在 200~300 °C 之溫度區間，(a) 固定 $(s - s_{th})$ 為 30 MPa，以 $\ln \dot{\epsilon}$ 對 1000/RT 作圖(b) 固定 $\dot{\epsilon}$ 為 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 時，從 $\ln(s - s_{th})$ 對 1000/RT 所作之圖。



圖四十六 5083 試片於 200、250 及 300 °C 之流應力與流應變速率之關係圖

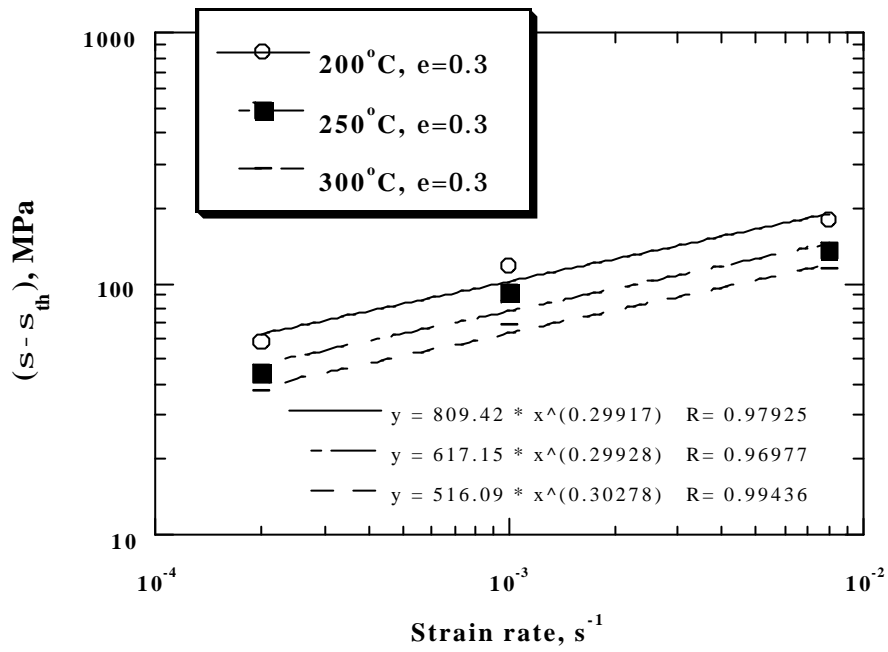


圖四十七 5083 試片在 200、250 及 300 °C 之溫度區間，(a)固定應力為 200 MPa，以 $\ln \dot{\epsilon}$ 對 $1000/RT$ 作圖；(b) 固定 $\dot{\epsilon}$ 為 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 時，從 $\ln \sigma$ 對 $1000/RT$ 所作之圖

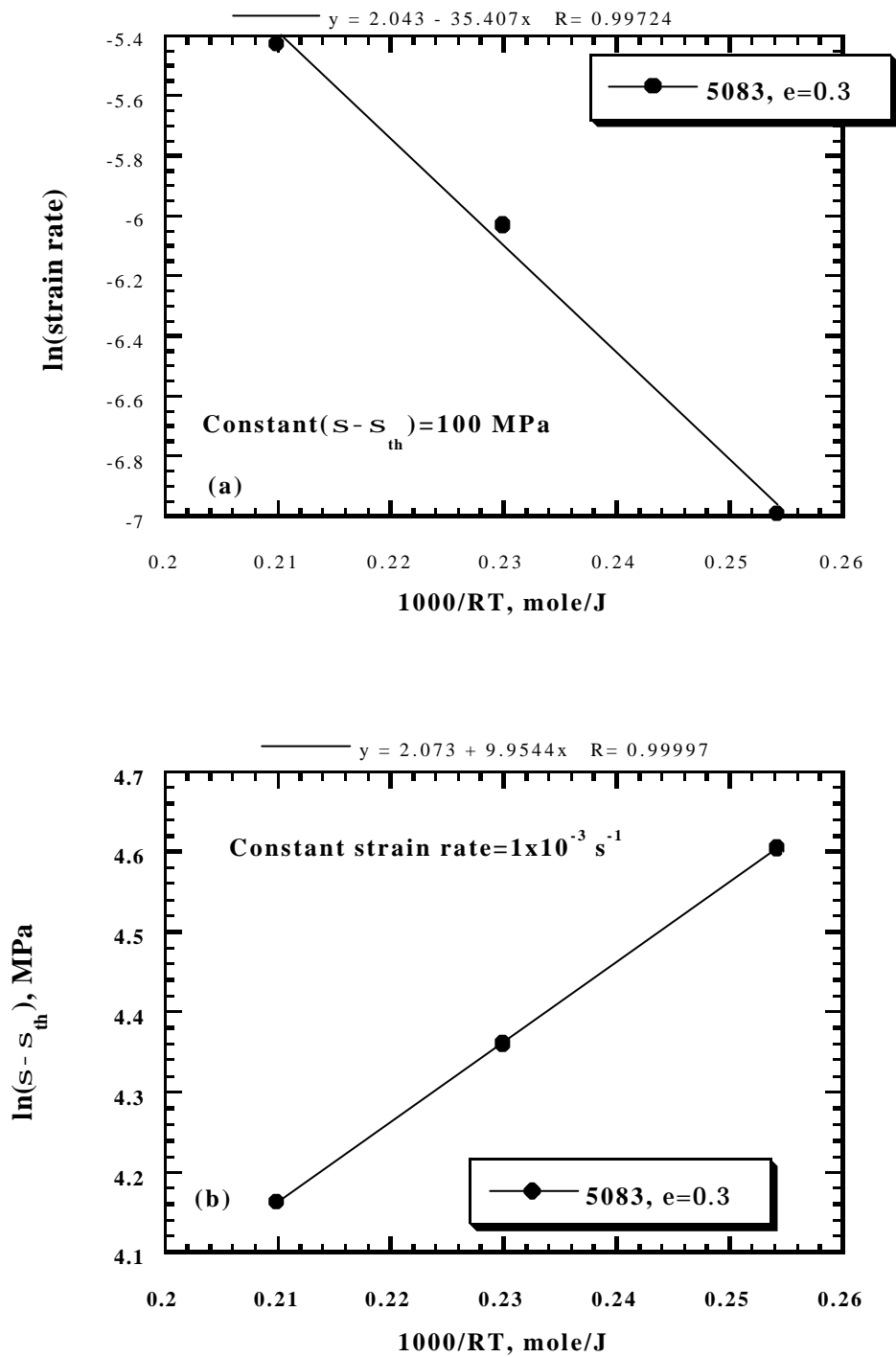


圖四十八 5083 試片在 200~300 °C 之溫度區間，以 n 等於(a)3 : (b)3.5 : (c)4 :

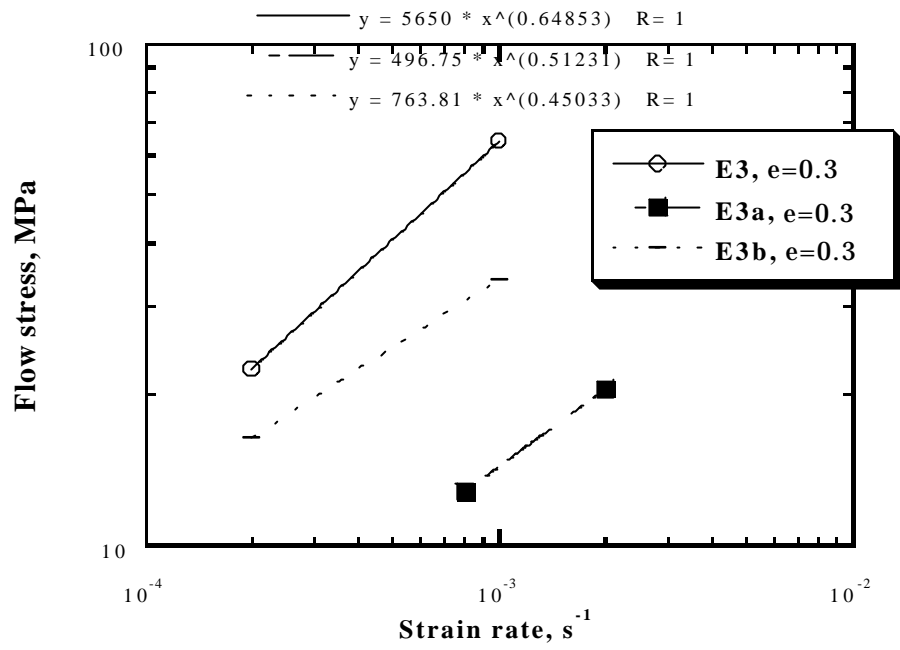
帶入 $\dot{\epsilon}^{1/n}$ 對 σ 作圖



圖四十九 5083 試片在 200~300 °C 之溫度區間，並考慮初始應力值，其有效應力值對應變速率之關係圖



圖五十 5083 試片在 200~300 °C 之溫度區間，(a) 固定 $(s - s_{th})$ 為 100 MPa，以 $\ln \dot{\epsilon}$ 對 $1000/RT$ 作圖 (b) 固定 $\dot{\epsilon}$ 為 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 時，從 $\ln(s - s_{th})$ 對 $1000/RT$ 所作之圖



圖五十一 E3 , E3a 及 E3b 試片於 300 °C 之流應力與流應變速率之關係圖