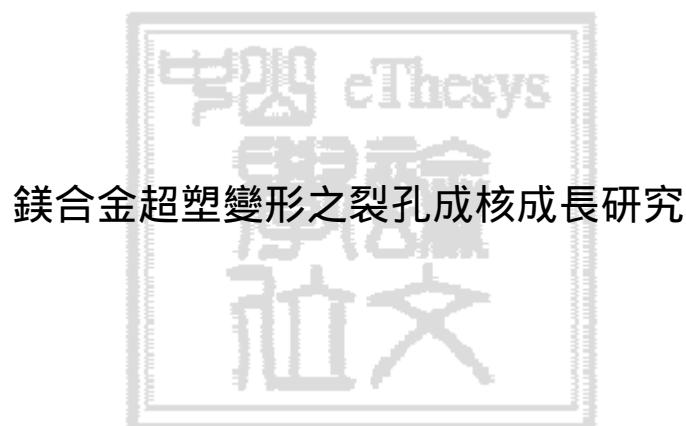




國立中山大學材料科學研究所
碩士論文



研究生：李敬仁 撰

指導教授：黃志青 博士

中華民國 九十二 年 七 月

目 錄

目錄	I
表索引	IV
圖索引	V
論文摘要	
第一章 研究背景與方向	1
1.1 超塑性材料的基本性質	1
1.2 鎂合金的發展與應用	3
1.3 鎂合金超塑性發展	4
1.3.1 晶粒細化的處理方式	4
1.3.1.1 壓延法	4
1.3.1.2 檢型法	5
1.3.1.3 等徑轉角檢型法	6
1.3.1.4 雙重檢製法與往復式檢型	7
1.3.1.5 粉末法	7
1.3.1.6 快速凝固法	8
1.4 裂孔化	8
1.4.1 裂孔成核	8
1.4.2 裂孔成長	10
1.4.2.1 擴散控制成長	10
1.4.2.2 塑性控制成長	11
1.4.2.3 超塑性擴散成長機構	13
1.4.2.4 裂孔的成長地圖	15

1.4.3 裂孔聯合	17
1.5 影響裂孔化的因素	19
1.5.1 材料的內在本質因素	19
1.5.1.1 二次相	19
1.5.1.2 晶粒大小與形狀	19
1.5.1.3 晶界特性	20
1.5.1.4 液態相的存在	21
1.5.2 外在的環境因素	21
1.5.2.1 靜液壓的影響	21
1.5.2.2 溫度與應變速率	22
1.6 實驗的目的	22
第二章 實驗方法	24
2.1 實驗材料	24
2.2 超塑性材料的製備	24
2.2.1 熱擠型製程	24
2.3 實驗流程	26
2.4 機械性質測試	26
2.5 微觀組織	27
2.5.1 裂孔化的觀察	28
2.5.1.1 樣本腐蝕前	28
2.5.1.2 樣本腐蝕後	28
2.6 影像分析	29
2.6.1 影像處理	29
2.6.2 裂孔的體積分率	29
2.6.3 裂孔的大小尺寸分佈	30
2.7 m 值的量測	30

第三章 實驗成果	31
3.1 擠型後的微觀組織	31
3.2 機械性質測試結果	31
3.2.1 室溫的拉伸性質	31
3.2.2 在 200°C 到 450°C 之超塑性行為	32
3.2.3 不同應變狀態下之特徵	33
3.2.3.1 低應變速率的變形條件下	33
3.2.3.2 高應變速率的變形條件下	34
3.2.4 塑性異向性	34
3.2.5 不同變形條件下的截面積縮減率	35
3.3 應變速率敏感係數測試結果	35
3.4 SEM 觀察結果	36
3.5 裂孔化的觀察	38
3.5.1 試片腐蝕前	39
3.5.1.1 裂孔的體積分率	39
3.5.1.2 裂孔的尺寸分佈	39
3.5.1.3 裂孔的數量變化	40
3.5.1.4 裂孔的長短軸比與拉伸軸之夾角	41
3.5.1.5 破斷端之裂孔化情形	41
3.5.2 試片腐蝕後	42
3.5.2.1 晶粒大小變化與成長非等向性	42
3.5.2.2 裂孔形成位置	43
第四章 實驗討論	44
4.1 棒狀與板狀試片之差異探討	44
4.1.1 擠製後的晶粒差異	44
4.1.2 降伏應力的差異	45

4.1.3	超塑性行為的差異	45
4.1.4	影響棒材與板材之應變速率的探討	47
4.2	不同溫度與應變速率之塑性異向性差異探討	48
4.3	晶粒成長趨緩原因之探討	49
4.3.1	超塑性應變誘發晶粒成長	49
4.3.2	熱變形下之動態再結晶	50
4.3.3	晶粒成長與動態再結晶之動態平衡	51
4.4	裂孔成長機構分析	52
4.4.1	理論分析	52
4.4.1.1	擴散成長機構之理論分析	53
4.4.1.2	塑性成長機構之理論分析	53
4.4.1.3	超塑性擴散機構之理論分析	54
4.4.2	裂孔直徑小於 $2\text{ }\mu\text{m}$	55
4.4.3	最大前 20 個裂孔	55
4.4.3.1	在 300°C , 以 $6 \times 10^{-4}\text{ s}^{-1}$ 變形	55
4.4.3.2	在 400°C , 以 $6 \times 10^{-4}\text{ s}^{-1}$ 變形	56
4.4.3.3	以 $1 \times 10^{-2}\text{ s}^{-1}$, 在 300°C 與 400°C 之變形	57
4.4.3.4	總結裂孔成長機構分析	57
4.5	影響裂孔化程度之因素探討	58
4.5.1	溫度之影響	58
4.5.2	應變速率之影響	59
4.6	裂孔研究於工程上的應用	60
4.6.1	AZ31 鎂合金應變至 1.1 時之裂孔發展情形	60
4.6.2	鎂合金與鋁合金之裂孔比較	60
4.6.2.1	鎂合金與鋁合金隨著應變變化之裂孔比較	61
4.6.2.2	應變至 1.1 時之鎂合金與數種鋁合金比較	62

4.7 未來努力方向	62
第五章 結論	64
參考文獻	66
表	70-86
圖	87-144
附錄	A 1-A11



表索引

表 1-1 各種不同材料的機械性質的比較	70
表 1-2 Ti-45.5Al-2Cr-2Nb 合金在不同熱處理下的晶粒的大小	71
表 2-1 AZ31 鎂合金的化學成分組成(wt%)	72
表 2-2 AZ91 鎂合金的化學成分組成(wt%)	72
表 2-3 AZ31 與 AZ91 試片經過不同擠型比及總應變量	73
表 3-1 AZ31 原始母材與擠製後材料的機械性質差異	74
表 3-2 AZ31 經過 100 : 1 挤型比後在不同溫度與應變速率下的伸長量	75
表 3-3 31-E2 試片以不同溫度與應變速率下，變形至不同應變的試片編號與所對應的真實應變	76
表 3-4 E1 與 E2 試片之跳躍應變速率測試結果	77
表 3-5 31-E2 試片在不同變形條件下，應變至不同狀態之大小裂孔分佈比例.	78
表 4-1 擴散機構成長式中之各項參數數值	79
表 4-2 擴散機構以(49)式之理論預測值	80
表 4-3 超塑性擴散由(12)式理論預測之成長參數與實驗值比較	81
表 4-4 超塑性擴散成長機構以(23)式之理論估算與實驗值比較	82
表 4-5 大小裂孔之平均長短軸比，夾角與直徑	83
表 4-6 大小裂孔在不同變形條件下之成長機構分析結果	84
表 4-7 AZ31 鎂合金應變至 1.1 時之裂孔發展情形	85
表 4-8 數種鋁合金應變至 1.1 時之裂孔發展情形	86

圖索引

圖 1-1 擴散潛變、差排潛變、晶界滑移之變形機構	87
圖 1-2 (a)超塑性材料之流應變力與應變速率的關係	88
圖 1-2 (b)超塑性材之流應變力與應變速率關係	88
圖 1-3 等徑轉角擠型模具之示意圖	89
圖 1-4 裂孔的擴散成長示意圖	90
圖 1-5 裂孔的塑性成長示意圖	91
圖 1-6 擴散與塑性成長的比較	91
圖 1-7 裂孔在晶粒 $>50 \mu\text{m}$ 的高溫潛變與晶界相交情形與在晶粒約 $5 \mu\text{m}$ 的超塑性變形與晶界相交情形	92
圖 1-8 應力在高溫潛變的晶界上的變化與應力在細晶超塑性材料上的晶界變化	92
圖 1-9 裂孔成長機構的發展	93
圖 1-10 裂孔聯合示意圖	94
圖 1-11 Al7475 在 515°C 以 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 應變速率的裂孔大小分佈情形	94
圖 1-12 靜液壓拉伸裝置圖	95
圖 2-1 實驗流程圖	96
圖 2-2 棒材的拉伸試片規格	97
圖 2-3 板材的拉伸試片規格	97
圖 2-4 (a)AZ91 的裂孔化情形 , (b)灰階為 120 的情形 , (c)灰階為 130 的情形 , (d)灰階為 140 的情形	98
圖 2-5 跳躍應變速率試驗法(Jump-strain-rate test method)之示意圖	99
圖 3-1 AZ31 經過 100 : 1 挤型比的 E1 試片之晶粒大小	100

圖 3-2 AZ31 經過 100 : 1 擠型比的 E2 試片的前、中、後段之晶粒大小...	101
圖 3-3 E1 與 E2 的室溫拉伸應力-應變圖	103
圖 3-4 E1 試片在 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 與 $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ 下，不同溫度的拉伸後變化情形	104
圖 3-5 E2 試片在 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 與 $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ 下，不同溫度的拉伸後變化情形	105
圖 3-6 E1 與 E2 試片在 200°C ，不同應變速率下，拉伸後的變化情形	106
圖 3-7 E1 在不同溫度與應變速率下的應力應變圖	107
圖 3-8 E2 試片在 200°C ， 300°C 還有 400°C 下，以 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 與 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 拉伸的真實-應力應變圖	108
圖 3-9 在不同變形條件下，R 值在不同伸長量的變化趨勢，(a) E2 試片以 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 下，(b)E2 試片以 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 下，(c)E2 試片在 300°C 下	109
圖 3-10 各種不同變形條件下的截面積縮減情形，(a) 200°C 以 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ，(b) 300°C 以 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ，(c) 400°C 以 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ，(d) 300°C 以 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ，(e) 400°C 以 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$	110
圖 3-11 E1 試片與 E2 試片的跳躍應變速率測試結果，(a) E1 試片以 $0.0006\sim 0.001 \text{ s}^{-1}$ ，(b)E2 試片以 $0.0005\sim 0.0008 \text{ s}^{-1}$ ，(c)E2 試片以 $0.009\sim 0.02 \text{ s}^{-1}$	111
圖 3-12 200°C 以 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 拉伸到不同應變的表面形貌，(a)20-4-2，(b)20-4-3，(c)20-4-4，(d)20-4-5	112
圖 3-13 300°C 以 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 拉伸到不同應變的表面形貌，(a)30-4-1，(b)30-4-2，(c)30-4-3，(d)30-4-4，(e)30-4-5	113
圖 3-14 400°C 以 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 拉伸到不同應變的表面形貌，(a)40-4-1，(b)40-4-2，(c)40-4-3，(d)40-4-4	114
圖 3-15 300°C 以 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 拉伸到不同應變的表面形貌，(a)30-2-1，(b)30-2-2，(c)30-2-3，(d)30-2-4，(e)30-2-5	115
圖 3-16 400°C 以 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 拉伸到不同應變的表面形貌，(a)40-2-1，(b)40-2-2，	

(c)40-2-3 , (d)40-2-4 , (e)40-2-5	116
圖 3-17 E2 試片以 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 在各種不同溫度下變形的晶界滑移痕跡 , (a)20-4-3 , (b)30-4-3 , (c)40-4-2	117
圖 3-18 E2 試片以 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 在各種不同溫度下變形的晶界滑移痕跡 , (a)30-2-3 , (b)40-2-3	119
圖 3-19 不同試片位置的裂孔變化情形	120
圖 3-20 E2 試片以相同應變速率在不同溫度下變形後的裂孔變化情形 , (a)E2 試 片以 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 變形 , (b)E2 試片以 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 變形	121
圖 3-21 E2 試片以 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 在不同溫度下 , 變形至不同應變 , 裂孔直徑小於 $10 \mu\text{m}$ 的數量變化情形 , (a) $300^\circ\text{C}, 6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, (b) $400^\circ\text{C}, 6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	122
圖 3-22 E2 試片以 $6 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 在不同溫度下 , 變形至不同應變 , 裂孔直徑大於 $10 \mu\text{m}$ 的數量分佈情形 , (a) $300^\circ\text{C}, 6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, (b) $400^\circ\text{C}, 6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	123
圖 3-23 E2 試片以 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 在不同溫度下 , 變形至不同應變 , 裂孔直徑小於 $10 \mu\text{m}$ 的數量分佈情形 , (a) $300^\circ\text{C}, 1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, (b) $400^\circ\text{C}, 1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$	124
圖 3-24 E2 試片以 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 在不同溫度下 , 變形至不同應變 , 裂孔直徑大於 $10 \mu\text{m}$ 的數量分佈情形 , (a) $300^\circ\text{C}, 1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, (b) $400^\circ\text{C}, 1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$	125
圖 3-25 E2 試片在每單位面積之所有裂孔數目隨著應變變化之情形 , (a)在 300°C 下 , (b)在 400°C 下 , (c) $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 下 , (d)在 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 下	126
圖 3-26 裂孔直徑小於 $2 \mu\text{m}$ 之長短軸比分佈情形 , (a) $300^\circ\text{C}, 6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, (b) $400^\circ\text{C}, 6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, (c) $300^\circ\text{C}, 1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, (d) $400^\circ\text{C}, 1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$	127
圖 3-27 裂孔直徑小於 $2 \mu\text{m}$ 之長軸與拉伸軸夾角 , (a) $300^\circ\text{C}, 6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, (b) $400^\circ\text{C}, 6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, (c) $300^\circ\text{C}, 1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, (d) $400^\circ\text{C}, 1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$	128
圖 3-28 裂孔尺寸最大前 20 個之長短軸分佈情形 , (a) $300^\circ\text{C}, 6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, (b) $400^\circ\text{C}, 6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, (c) $300^\circ\text{C}, 1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, (d) $400^\circ\text{C}, 1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$	129
圖 3-29 裂孔尺寸最大前 20 個之長軸與拉伸軸夾角 , (a) $300^\circ\text{C}, 6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, (b) $400^\circ\text{C}, 6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, (c) $300^\circ\text{C}, 1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, (d) $400^\circ\text{C}, 1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$	130

圖 3-30 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 下，在不同溫度時之靠近破斷端試片的裂孔化情形，(a)200°C , (b)300°C , (c)400°C	131
圖 3-31 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 下，在不同溫度時之靠近破斷端試片的裂孔化情形，(a)300°C , (b)400°C	132
圖 3-32 E2 試片在超塑變形後的晶粒大小變化情形，(a) $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, (b) $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$	133
圖 3-33 E2 試片於變形後之試片腐蝕前後的情形，(a) 30-4-3 試片腐蝕前 , (b) 30-4-3 試片腐蝕後 , (c) 40-4-1 試片腐蝕前 , (d) 40-4-1 試片腐蝕後 , (e) 30-2-3 試片腐蝕前 , (f) 30-2-3 試片 , (g) 40-2-4 試片腐蝕前 , (h) 40-2-4 試片腐蝕後	134
圖 4-1 靜態退火與動態變形之晶粒成長差異圖	138
圖 4-2 不同應變速率下的晶粒成長速率之差異圖	139
圖 4-3 動態再結晶過程中之晶粒演化情形，(a)~(d)為大的起始晶粒 , (e)為小的 起始晶粒	140
圖 4-4 多峰與單一峰之再結晶之發生條件	140
圖 4-5 塑性機構由(12)所得之理論預測成長參數值	141
圖 4-6 不同變形條件下之平均裂孔半徑變化	142
圖 4-7 AZ31 錄合金與 Al-Mg-Mn-Cu 合金之裂孔數量比較圖	143
圖 4-8 AZ31 錄合金與 Al-Mg-Mn-Cu 合金之裂孔尺寸分佈圖 , (a)AZ31 錄合 金 , (b)Al-Mg-Mn-Cu 合金	144

謝誌

歷經一連串的風風雨雨以及無數次的失敗經驗與挫折，終於順利完成論文。首先要特別感謝吾師，黃志青博士兩年來在課業上的諄諄教誨與生活上的幫助，都讓我獲益良多，還有在待人處世上，也都樹立良好的榜樣讓我學習，使得自己變得更加成熟穩重。另外還要感謝審查委員張志浦博士與鄭憲清博士，於口試時，所給予本論文的指正，並點出許多研究上許多可以改進的方，使作者獲益匪淺，在此由衷感謝。

同時感謝在實驗期間，江宏達先生在機械拉伸實驗上的指導，陳貴香小姐在 SEM 上的協助，古錦松學長在試片製作上的協助，還有在換裝新溫度控制器期間，森績公司的邱光星副理以及電機所曾俊傑學長的協助，還有凌勝公司的及時調貨，才能讓溫度控制器順利修復，得以讓實驗順利的進行。另外還有所辦朱小姐及顏小姐在業務上的協助，以及華大哥在事務上的協助，都是讓人非常感謝的。

回想兩年多前，甄試上材料所時，來到研究室對一切新的領域充滿好奇與期待，但同時也有著不安的心情，所幸有賴一清學長為我樹立良好的學習榜樣，以及凱琳、佩汝學姊、王軼農博士、郭木成學長還有蘇勢方學長在實驗上與課業上提供許多寶貴的意見，都讓我在材料的領域上，能看到更寬廣的視野；還有更是要感謝茲凱學長帶領我進入鎂合金超塑性的領域，在實驗上、在研究上與課業上都讓給予我最大的幫助。還有信輝、小毅以及小民三人在兩年來不僅在研究上、課業上、生活上都給予最大鼓勵與幫助，這都是讓人難以忘懷的。最後還有子翔、志溢學弟都為研究室帶來新的面貌，以及建超學長在生活上幫助以及人生規劃上都與相當的指教，都是令我相當感謝。

最後要感謝我的父母與小妹給予我全力的支持，在我遭受挫折，給我鼓勵與支持，讓我有勇氣向前衝，最後非常感恩父母的全力栽培，讓我無後顧之憂，全心全力的求學。

還有要感謝那些曾經幫助過我的朋友與同學，謝謝你們的幫忙。套句陳之藩所說的話，要感謝的人太多了，一切都感謝老天，感謝上帝。

論文題目：鎂合金超塑變形之裂孔成核成長研究

頁數：144

校所組別：國立中山大學 材料科學研究所

畢業時間及提要別：九十一學年度 第二學期 碩士學位論文摘要

研究生：李敬仁

指導教授：黃志青 博士

關鍵字：AZ31 鎂合金、超塑性、晶界滑移、裂孔化、動態再結晶

論文摘要

本研究針對熱擠製後的鎂合金，在不同變形條件下的超塑變形後，其發生裂孔化的程度與裂孔成長機構進行分析討論，以期望將來在鎂合金超塑成型方面能提供正面幫助。實驗上，使用半連續鑄造的 AZ31 鎂合金，經過一次高擠型比的熱機處理，使晶粒藉由動態再結晶，從起始晶粒的 $70 \mu\text{m}$ 細化到 $2\sim5 \mu\text{m}$ 。經過熱機處理後的鎂合金，在室溫具有 $30\sim50\%$ 延展性，而抗拉強度也提高到 $330\sim340 \text{ MPa}$ ，在 300°C 以 $1\times10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 下具有能達到 1000% 的良好高速超塑性，與 200°C ，以 $6\times10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 下具有能達 600% 良好低溫超塑性，在超塑變形過程中，具有良好的塑性等向性。在超塑性變形過中，應變誘發晶粒成長與動態再結晶達成一穩動定動態平衡，使晶粒在不同變形條件下達到某一穩定晶粒大小。其變形過程中的主導之變形機構，應是晶界滑移。

相同應變速率下比較， 400°C 的變形，其裂孔化程度之裂孔體積分率較 300°C 嚴重。在 $1\times10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 下變形，由於較高流應力，以及裂孔較不易得到良好補償機制，使之比 $6\times10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 下變形容易成核。不論在何種變形條件下，從應變開始至破裂，直徑小於 $2 \mu\text{m}$ 的小裂孔，其數量一直約佔整體 $50\sim70\%$ ，而這些小裂孔的成長機構，分析是擴散機構所主導。對於 $6\times10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 變形，對於裂孔尺寸最大前 20 個，在 300°C 時，在應變 1.2 左右之前，其成長機構分析是超塑性擴散成

長機構主導，之後應變由塑性機構所主導，在 400°C 時，在應變 0.7 左右之前，其成長機構由超塑性擴散所主導，之後緩慢轉移至塑性機構。對於 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 變形， 300°C 和 400°C 下，對於最大前 20 個裂孔，其成長機構都是由塑性機構所主導。

第一章 研究背景與方向

1.1 超塑性材料的基本性質

超塑性(Superplasticity)一詞是指具有特定組織與材質的材料，在特定之溫度與應變速率下，具有極大的延伸率(一般要大於 200%)，而且形變過程中變化十分均勻，沒有局部頸縮的現象(free of localized necking)[1]。超塑性自 1912 年被發現以來，經過數十年的研究與發展，陸續在陶瓷、介金屬化合物、複合材料都發現到超塑性的行為[2]。在工業界，使用超塑性的目的在於工件的一體成形，減少因為鋸接而產生的應力集中的所造成的問題，而更進一步的降低成本提高產能。

材料在超塑性變形過程中，其流變可以用下列關係式

$$s = K \dot{e}^m, \quad (1)$$

其中 σ 為流應力(flow stress)， K 為材料的性質常數， \dot{e} 為應變速率(strain rate)， m 為應變速率敏感係數(strain rate sensitivity)，而 m 的定義如下：

$$m = \frac{\partial \ln s}{\partial \ln \dot{e}} = \frac{\dot{e}}{s} \frac{ds}{d\dot{e}}. \quad (2)$$

材料的超塑性特性通常以 m 值做為指標，用以描述材料受拉伸時，對於頸縮的抵抗力。通常 m 值介於 0-1 之間，一般的金屬與合金在室溫約 0.01-0.1，而對於超塑性材料而言，其 m 值在超塑性溫度($0.5\sim 0.8T_m$ ， T_m 為熔點溫度)時約介於 0.3~0.8 之間。當 $m=1$ 時，此為牛頓黏性流體。

一般材料要達到超塑性的能力，其材料的基本性質要達到以下幾個基本要求[3]：

- (1) 細晶粒組織：一般而言，要具備良好超塑性，材料的晶粒尺寸約需小於 10 μm ，如此才能讓材料方便達到最主要的變形機構 晶界滑移(grain boundary sliding)。
- (2) 第二相的存在：第二相的存在使超塑性成形的晶粒成長得以抑制，並且隨著第二相數量的增加與分佈越均勻，其抑制晶粒成長的效果越顯著。
- (3) 晶界結構的本質：相鄰晶粒的晶界為高角度晶界(high angle boundary)將有助於超塑性的主要變形機構 晶界滑移的啟動，而低角度晶界(low angle boundary)受到剪力時，並無法有效啟動晶界滑移或旋轉。
- (4) 晶粒形狀：晶粒的形狀為等軸狀，如此將有助於材料受到剪力時才能有晶界滑移或旋轉。
- (5) 晶界的移動性：在晶界滑移的時，應力會集中在晶界交會點(triple point)，而造成空孔的產生而提早破斷。具有較高晶界移動力(mobility)，會減少這種應力集中的現象。

就超塑性變形機構而言，主要區分為三類，即擴散潛變(diffusion creep)、差排潛變(dislocation creep)、晶界滑移(grain boundary sliding)，如圖 1-1 所示。

一般超塑性合金通常在應變速率(strain rate)與流應力(flow stress)之間存在有 S 形曲線或三個不同狀態變化的趨勢，如圖 1-2 所示。Valiev 與 Kaibyshev[4] 曾針對鎂合金 MA8 ($\text{Mg}-1.5\%\text{Mn}-0.3\%\text{Ce}$) 在三種不同應變速率區間的主要變形機構做過研究，在低應變速率區(Ⅰ區)三種不同變形機構都有貢獻，而主要的控制機構來自穿晶差排應變(intragranular dislocation strain)與擴散潛變，在這區間，應變速率敏感係數與伸長量的相關性是很小的。在中間應變速率區間(Ⅱ區)，主

要的控制機構來自晶界滑移並伴隨穿晶差排應變補償，在此區應變速率敏感係數通常約等於 0.5，且最大伸長量可以獲得，此區間為最理想的超塑性操作範圍。在高應變速率區（區），主要的控制機構來自穿晶差排應變並伴隨少數晶界滑移，且應變速率敏感係數再一次降低。所以綜合諸多變形機構中，以晶界滑移並隨一個相關的調適補償過程(accommodation process)的理論最為人所接受，至於調適過程的機構為何，就依不同的材料而有所不同。

1.2 錫合金的發展與應用

近年來由於 3C 產業的蓬勃發展，一般的電子產品為了散熱、減輕重量的需求、防電磁波干擾(shielding capabilities)、可回收性與環境穩定性等這些因素，都逐漸選用錫合金來替代一般塑膠材料[6,7]。另外在現今資源日漸短缺及環境要求愈趨嚴格下，所有工程領域在結構元件的應用上都有往輕質材料發展趨勢。在表 1-1[5]中列舉出一般常用材料的基本性質比較。錫合金之優異性質歸納如下：

- (1) 低密度：錫的密度約 1.74 g/cm^3 ，只有鋁的 $2/3$ ，鋼的 20% ，是結構金屬中最輕的材料。從環保的角度而言，將能更減少能源的損耗。
- (2) 散熱性：相較於高分子材料，錫有較高的熱傳導性。
- (3) 制振性：錫比鋁與塑膠較高的吸振性，尤其是相同抗力下厚度僅塑膠的 $1/3$ 。
- (4) 回收性：錫可在回收利用，減輕對環境的衝擊。
- (5) 防電磁波干擾。

儘管錫有上述這些優點，但由於錫的晶體結構屬於六方最密堆積(hexagonal close-packed, HCP)，其滑移系統(slip system)相較於鋁的面心立方堆積(face-centered cubic, FCC)少了許多，故室溫時，延展性差了許多，這使得錫合金要在室溫用鍛造成形有其困難度。一般現在錫合金的成形方式都採用(1)壓鑄成

形(die casting)，國內的可成科技公司即採用此種方法。(2)觸變成形(thixomolding)，國內的華孚科技即採用此種方法[8]。(3)觸變鑄造(thixocasting)，一種半固態成形技術(semi-solid metal forming)[9]，另外超塑性成形也是另一種成形方式，對於一些複雜工件的成形，可以達到成本儉省的目的。

1.3 錫合金超塑性發展

目前在錫基合金要達到超塑性的能力，在材料的微結構(microstructure)上都採取細晶結構(fine grain structure)的方法來達到超塑性的能力，Bussiba 等人[10]提到過藉由熱機處理(thermomechanical process)不僅可以對錫基合金的超塑性能力有正面幫助，還能提升室溫的延展性。Watanabe 等人[11]提到對於減小晶粒尺寸的效應，能降低達到最大伸長量所需應變速率與溫度，更進而達到低溫(low temperature superplasticity, LTSP)與高速超塑性(high strain rate superplasticity, HSRSP)的要求。

1.3.1 晶粒細化的處理方式

在錫基合金中要達到晶粒細化(grain refinement)的製程中，大致分為以下幾種方式。

1.3.1.1 壓延法

Kim 等人[12]使用熱壓延方式，在 375°C 下使 AZ61 錫合金初始晶粒從 16 μm 細化到 8.7 μm，當壓延溫度過高而使快速晶粒成長而無法使晶粒細化 10 μm 以下，而溫度過低時則會有邊緣破裂(edge cracking)發生而經過壓延後的 AZ61 在

400 以 $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 應變速率下能得到最大伸長量 580%。

Mohri 等人[13]在 400°C 壓延 AZ91 鎂合金，並在 300°C 以 $1.5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 作拉伸測試。被壓延過後的晶粒雖是 $39.5 \mu\text{m}$ 大，但當試片變形到真實應變為 0.6 時，晶粒已經細化到 $9.1 \mu\text{m}$ 。晶粒細化的過程主要來自於拉伸時的初始階段所發生的動態連續再結晶(dynamically continuous recrystallization)，也由於發生晶粒細化才能使試片再繼續變形，才能啟動晶界滑移的變形機構。另外本實驗室[14,15]也對經過擠型後再經過壓延的 AZ91 鎂合金在 300°C 以 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 作拉伸測試，也發現到晶粒從初始的 $13 \mu\text{m}$ 細化到 $2.5 \mu\text{m}$ ，晶粒細化也是來自動態再結晶(dynamic recrystallization)的貢獻。

1.3.1.2 挤型法

Lee 等人[16]以 AZ91 鎂合金與 AZ91/SiC 複合材料，以不同的擠型條件對擠型後材料的拉伸性質與微結構影響做過研究。不論是鎂合金或鎂基複材在 300°C 以 $25:1$ 以上的擠型比，都能得到細小等軸晶粒，而晶粒細化的原因也是在熱擠型過程中發生動態再結晶。兩種材料的拉伸強度都隨著擠型比越高而強度越高。

Mabuchi 等人[17]對用鑄造與用粉末冶金(powder metallurgy)兩種不同方式的原始坯料 AZ91 與 ZK61，在 280°C 以 $100:1$ 的擠型比下擠製後的材料作超塑性的研究。實驗的結果顯示理想的超塑性應變速率反比於起始晶粒，流應力所對應的活化能，是高於晶界擴散(grain boundary diffusion)而低於晶格擴散(lattice diffusion)之活化能。用粉末冶金方式的原始坯料，經過擠製後所呈現的超塑性行為，比用鑄錠的坯料好，而這是因為用粉末冶金的坯料存在有較小的初始晶粒。另外這些擠型後的材料存在有高速超塑性的行為，而其主要的變形機構不同於以

往鋁基複合材料的有液態相的存在作為一種調適機構，而是因為鎂的晶界擴散能力優於鋁，使得在應力集中處能得到有效舒緩。

1.3.1.3 等徑轉角擠型(Equal channel angular pressing, ECAP)

近來，由 Segal[18]發展出一種等徑轉角擠型的變形方式，將一個模子挖兩各等橫截面的通道，如圖 1-3 所示。材料在擠製過程中，經過通道交角時，會產生一個剪應形，其應變量表示法為：

$$\epsilon_N = N \left[\frac{2 \cot(\phi/2 + \psi/2) + \psi \csc(\phi/2 + \psi/2)}{\sqrt{3}} \right], \quad (3)$$

其中 N 為擠製次數， ϕ 為此兩通道的交角， ψ 為通道外側的弧角。經由這種變形方式，可以在不改變試片橫截面而不斷反覆擠製而累積大量應變下，得到次微米級的晶粒。Mabuchi 等人[19]使用 AZ91 的鎂合金在 175℃ 下使材料累積應變量達到 8.05，能得到約 1 μm 的晶粒尺寸，使得在低溫 200°C 與 $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ 能到 661% 的最大伸長量。應變速率敏感係數約 0.3，所對應的低溫超塑性機構是差排黏滯滑移(viscous-glide of dislocations)，但試片經過變形後的表面觀察，卻呈現是晶界滑移的特徵，以 AZ91 的低溫超塑性來說，差排黏滯滑移似乎並非是主要的變形機構。

Mabuchi 等人[20]利用高解析電子顯微鏡(high-resolution electron microscopy)進行微觀組織(microstructure)的分析，發現在晶界的刻面上有規則或不規則的起伏(wavy)，且隨著愈接近晶界，其晶格平面歪曲(distortion)愈大，呈現一種不平衡狀態(non-equilibrium state)，經過退火後，材料的晶界會由不平衡狀態轉變到平衡狀態(equilibrium state)，另外退火前後之兩種材料都有應變速率敏感係數 0.5 的值，而流應力所對應的活化能也是晶界擴散的值。經過退火的材料所呈現

的低溫超塑性比沒有經過退火的好，而主要的原因是未退火材料的不平衡晶界的長程應力(long-range stresses)阻礙了差排的移動，反觀退火後的材料存在平衡晶界，這種情況使得當晶界滑移時所造成的應力集中處得到的補償，進而延緩斷裂。

1.3.1.4 雙重擠製法(Double extrusion)與往復式擠型(Reciprocal extrusion)

Mukai 等人[21]將 ZK60/SiC 複合材料經過一次擠型與二次擠型比較，經過二次擠型的材料在 350°C ， $1\times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ 的應變速率下出現 400% 以上伸長量的高速超塑性的現象，其應變速率敏感係數約 0.5，且活化能是 81 kJ/mol ，從實驗結果可以得知主要的變形機構是晶界滑移伴隨晶界擴散補償機構。

國內清大的葉均蔚教授的研究群[22]以往復式擠型(reciprocal extrusion)法製作超塑性 AZ91 錄合金。在 275°C 往復擠型 10 次後，可以得到等軸晶粒 $3.5 \mu\text{m}$ ，在 300°C 以 $1\times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 可以得到 989% 的伸長量，在機械性質上比一般鑄錠，降伏強度(yield strength)提高為 3 倍，抗拉強度(ultimate tensile strength)提高為 2.6 倍。具有這些良好的性質主要是因為在具有均勻且緻密的微結構。

1.3.1.5 粉末法

Mabuchi 等人[17]使用 AZ91 與 ZK61 的粉末在 250°C 用 500 MPa 的壓力燒結成胚料，再經過 100 : 1 的擠型材料，比用鑄造法再經過擠型的材料有著較好的高速超塑性行為。這是因為粉末法有著較小的晶粒尺寸。

Watanabe 等人[23]研究以用粉末法的錳合金與錳基複合材料的超塑性性變形機構，而提出是報告過是晶界滑移並伴隨晶界擴散控制滑移的補償機構。且這些用粉末法的材料只能在 277°C 以下被強化。另外在錳合金中沿著晶界散佈的氧

化物顆粒小於 25 nm，複合材料的強化物小於 2 μm ，經由顆粒周圍的擴散流能扮演讓應力集中處得到舒緩作用(relaxation)的角色。但當溫度低於 277°C 以下，這種舒緩作用在滑移補償(slip accommodation)過程中並不完全進行，使得差排在晶界上或沿晶顆粒上堆積(dislocation pile-up)，而這種差排在沿晶顆粒上的堆積為強化的主要貢獻。

1.3.1.6 快速凝固法

Solberg 等人[24]將 AZ91 錄合金利用快速凝固法並經過擠型，得到均勻的晶粒尺寸約 1.2 μm ， $\text{Mg}_{17}\text{Al}_1$ 析出物的顆粒大小約 0.1-0.3 μm ，相較一般鑄造的材料再經過擠型所得到的晶粒尺寸(粗晶帶約 20 μm ，細晶帶約 3 μm)能有小減小晶粒尺寸。在 275°C~300°C 以 $6.3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 的應變速率能到超過 1000% 以上的伸長量，另外相當高密度的孔洞在超塑性變形後發展出來，導致在室溫的強度與延展性都減小。

1.4 裂孔化(Cavitation)

從上面可知，超塑性變形可以得到近乎無頸縮(neck-free)的很大伸長量，但對大部分的超塑性材料而言，在變形過程中，在材料內部常常會有裂孔化(cavitation)的現象[25,26]，而這些裂孔的發生會導致材料過早斷裂，並非因為頸縮的發生而斷裂。在超塑變形過程的裂孔化一般可以分為三個主要的階段：裂孔成核(nucleation)，裂孔成長(growth)，裂孔聯合(coalescence)，以下將針對這些階段作介紹。

1.4.1 裂孔成核

Greenwood 等人[27]在銅與鎂金屬於高溫變形實驗中觀察了沿晶裂孔化(intergranular cavitation)的情形，認為裂孔的成核是藉由足夠數量的晶格空位(vacant lattice sites)堆聚(agglomeration)而形成，且成核的位置都在晶界(grain boundary)上。對於這些晶格空位的堆聚認為主要是藉由熱震動(thermal vibration)所引起的晶格空位擴散與差排移動所造成的。另外文中也認為要達成大量的成核，如果只藉由擴散是不足的，需要藉由晶粒的滑移造成區域晶格的扭曲達到大量成核的目的。Raj 與 Ashby[28]假定有一定數量的核(nuclei)存在，且形成一個穩定的核是藉由晶界上與晶格(lattice)上的空位(vacancy)擴散形成，另外從系統受外力作用而變形所產生的自由能(free energy)改變的觀點，求出成核所需的臨界半徑：

$$r_c \geq 2\gamma/s , \quad (4)$$

其中 γ 為表面能， s 為施加的應力。對此擴散成核的理論，Stowell[29]認為並不全然是如此，另一部分的原因可能由於熱機處理加工過程也會造成預先存在(pre-existed)的裂孔也是成核並且更進一步成長的因素。Pilling 與 Ridley 對此種成核模型所需要的空孔數目與在超塑性變形的流應力(flow stress)去估算，發覺用空孔凝聚成核所需空孔數目，遠大於熱力學上平衡的空孔數目，所以 Pilling 認為在超塑性的裂孔化成核有二，第一是由於晶界滑移時，調適過程(accommodation process)失敗造成晶界破裂，或析出相(precipitation)與母相介面破裂為成核的原因，另外對於熱機處理所產生的預先存在的裂孔也是一個因素[26]。

裂孔成核的過程到目前為止並沒有一個很完整的理論來解釋它，各家學說眾說紛紜。但從之前許多學者的實驗可以發覺到成核位置都會在晶界三交點處(grain triple junctions)，或散佈第二相與母相的介面處為成核位置。另外對於第二

相的大小與密度、應變速率、晶粒起始尺寸、溫度等因素對成核的影響也需更進一步的探討。

1.4.2 裂孔成長

裂孔成長機構的了解，主要是來自早期潛變(creep)的變形研究得知。整個裂孔成長的機構可以分為兩大類：(1)擴散控制成長(diffusion-controlled growth)，位在晶界上的空孔(void)藉由晶格空位擴散得以成長。(2)塑性控制成長(plasticity-controlled growth)，裂孔周圍的應力集中處受到塑性流影響而成長。另外 Chokshi 與 Langdon[30]對於超塑性材料的細晶粒效應所造成的晶界面積的增加，使得晶界上的空孔(void)的擴散路徑增加，在擴散控制成長的機構過渡到塑性控制成長機構提出了一個超塑性的擴散成長機構(superplastic diffusion-controlled growth)，以下將針對這些成長機構做更一步的介紹。

1.4.2.1 擴散控制成長

在晶界上已成核空孔，物質會經由空孔表面與相鄰的晶界擴散，而使空孔能藉由這種擴散的方式而成長，如圖 1-4 所示。Hull 與 Rimmer[31]曾對此種擴散控制成長提出生長模型，有兩個基本的假設：(1)假設表面擴散的速率是夠快，已至於能使空孔維持在一種準平衡(quasi-equilibrium)的圓球形狀。(2)假設晶粒是沒有變形的。這意指晶粒以堅硬體均勻地分開，也就需要物質在兩空孔間的晶界上擴散，而達到空孔成長的目的。Raj 等人[28,32]依據 Hull-Rimmer 模型推導出裂孔以擴散成長的速率：

$$\frac{dv}{dt} = 2p\Omega \frac{dD_{gb}}{kT} \left[\frac{(s + p - 2g/r)(1 - r^2/l^2)}{\ln\left(\frac{l}{r}\right) - \frac{3}{4} + \frac{r^2}{l^2} \left(1 - \frac{r^2}{4l^2}\right)} \right], \quad (5)$$

這裡 v 是裂孔體積， s 是拉伸應力， p 是裂孔內部壓力， g 是表面自由能， r 是裂孔半徑， $2l$ 是兩裂孔之間的距離， Ω 是原子體積， d 是晶界厚度， D_{gb} 是晶界擴散係數， k 是波茲曼常數， T 是絕對溫度。擴散成長的模型只在裂孔的開始成長階段有用，當裂孔的半徑更大，擴散成長的模型就無法正確預測出裂孔成長速率。

1.4.2.2 塑性控制成長

當應力夠大時，且潛變流(creep flow)是夠有效地快速的，可以忽略物質沿著晶界的運輸(transport)[31]，裂孔會有逐漸被拉長現象發生，且長軸方向幾乎與拉伸軸平行，如圖 1-5 所示。關於這種情形的裂孔成長速率曾被 Hancock[32]討論過，推導出下列的成長速率關係式：

$$\frac{dv}{dt} = A \dot{e}_\infty v \left(1 - \frac{3g}{2rs}\right). \quad (6)$$

這裡 A 為一個常數， \dot{e}_∞ 是平均應變速率， r 是裂孔半徑，另外裂孔體積成長速率(dv/dt)是正比於裂孔體積 v ，也就是說當裂孔體積越大時，成長速率也就越快。 $3g/2rs$ 這一項牽涉到毛細現象(capillarity effect)的效應誘發空孔的收縮。

Miller 與 Langdon[33]對擴散與塑性控制之兩種裂孔成長機構進行分析。裂孔如果受到擴散機制控制，則裂孔的形狀會近似圓形且隨機的分佈，但如果受到塑性機制控制，則形狀則是瘦長狀且長軸與拉伸軸平行。把這兩種不同成長機制

的成長速率對裂孔半徑作圖，如圖 1-6。從圖中可看出裂孔早期是擴散機制所主導，但當裂孔半徑大於臨界半徑 r_c ，則主導機制會由擴散轉變到塑性機制。臨界半徑 r_c 會隨著應變速率的減少而增加，也就是當流應力(flow stress)較低時，擴散機制主導裂孔成長，但當流應較高時，則轉變為塑性機制主導。

對於式(6)可以寫成如下：

$$\frac{dv}{d\epsilon} \frac{de}{dt} = A \dot{\epsilon} v \left(1 - \frac{3g}{2rs} \right), \quad (7)$$

等式的左邊 $d\epsilon / dt$ 等於應變速率，可以與等式的右邊對消。我們假設裂孔是夠大的能夠忽略毛細(capillarity effect)現象所造成的裂孔收縮下，可以再把式(7)簡化寫成如下：

$$\frac{dv}{v} = h d\epsilon, \quad (8)$$

其中 h 為一個體積成長參數，對式(8)兩邊作積分，可得下面等式：

$$\ln(v) = \ln(v_0) + h(\epsilon_f - \epsilon_0), \quad (9)$$

再對式(9)兩邊取自然數，且假設 ϵ_0 為未變形的應變，等於零，可以得到如下等式：

$$v = v_0 \exp(h\epsilon), \quad (10)$$

將等式(10)除於試片的體積，可以得到裂孔的體積分率隨著不同應變的關係式：

$$C_v = C_0 \exp(h\epsilon), \quad (11)$$

其中 C_v 為裂孔體積分率， C_0 為應變為零下之裂孔體積分率。另外對於 h 這個成

長參數，Stowell[34]曾寫出以下的關係式：

$$h = \frac{3}{2} \left(\frac{m+1}{m} \right) \sinh \left[\frac{2(2-m)}{3(2+m)} \right], \quad (12)$$

h為應變速率敏感係數的函數。

1.4.2.3 超塑性擴散成長機構

對於上述裂孔成長機構：擴散控制成長機構與塑性控制成長機構，或者兩種同時進行[28,35]，都是早期針對潛變破裂(creep fracture)所發展出來的，然而這些早期所發展的模型所考量都是大晶粒尺寸，一個裂孔只相交一個晶界，如圖 7 的左邊所示。但對於結構超塑性(structure superplastic, SS)材料而言，基本的晶粒要求就要 $>10 \mu\text{m}$ ，這對於裂孔與周圍晶界相交數目，與以前在大晶粒尺寸所發展而來的擴散模型有很大的差異，如圖 1-7 的右邊所示。

在圖 1-6 對於擴散控制成長機構轉變到塑性控制成長所預測的臨界半徑 r_c ，與一些超塑性材料所實驗觀察到的結果相差很大。Miller 與 Langdon[33]曾針對 Cu-2.8% Al-1.8% Si-0.4% Co 合金預估臨界半徑 r_c 約 $1 \mu\text{m}$ ，但是實驗結果卻發現到許多圓形的裂孔半徑高達到 $40 \mu\text{m}$ ，這與理論預估值相差太大。有鑑於此，Chokshi 與 Langdon[36]對於小晶粒的超塑性材料而言，修正了原先的擴散模型，發展了超塑性擴散控制成長模型。

在裂孔周圍的物質擴散流(diffusive flux)可以寫成下列等式：

$$j = \frac{\mathbf{d}D_{gb}}{\Omega k t} \nabla \mathbf{m}, \quad (13)$$

其中 $\nabla \mathbf{m}$ 是化學能梯度(chemical potential gradient)。對於超塑性的細晶材料而言，如果裂孔尺寸大於晶粒尺寸，在裂孔周圍所相交的晶界數目就不在一個晶界，如圖 1-7 右邊所示。所以當裂孔周圍相交的晶界數目越多，其物質擴散流的也就越大，呈現一個正比的關係，如下：

$$J = Nj, \quad (14)$$

J 為總物質擴散流， N 為裂孔周圍晶界相交的數目(擴散路徑)。

考量一個裂孔位在單一晶界上，且此晶界垂直於應力方向，如圖 1-8 的左圖所示，在晶界上額外的化學能如下式：

$$\mathbf{m} = \mathbf{s}_N \Omega = \mathbf{s} \Omega, \quad (15)$$

其中 \mathbf{s}_N 為垂直晶界上的應力。對於超塑性材料的晶粒，假設為一個正六角形，有兩個晶界垂直於應力軸，其餘有四個晶界傾斜於應力軸，如圖 8 的右圖所示，因此，在晶界上額外的化學能如下式：

$$\mathbf{s}_1 = \mathbf{s} \text{ 且 } \mathbf{s}_2 = \mathbf{s} / 2, \quad (16)$$

$$\mathbf{m}_{avg} = \frac{(\mathbf{s}_1 \times 2 + \mathbf{s}_2 \times 4)}{6} \Omega \approx 0.7 \mathbf{s} \Omega, \quad (17)$$

所以總物質擴散流就等於如下式：

$$J = 0.7 Nj. \quad (18)$$

Chokshi 與 Langdon[36]應用了一種成長模型，其裂孔成長速率對應裂孔半徑的關係式如下：

$$\frac{dr}{d\epsilon} = \mathbf{a} \frac{2\Omega \mathbf{D}_{gb}}{r^2 kT} \left[\frac{\mathbf{s} - (2\mathbf{g}/r)}{\dot{\epsilon}} \right], \quad (19)$$

$$\mathbf{a} = \frac{1}{4 \ln(a/2r) - (1 - (2r/a)^2) \left(3 - (2r/a)^2 \right)}, \quad (20)$$

其中 a 為裂孔之間的距離，相當於先前所提 Raj 模型中的 $2l$ 。將式(18)代入式(19)式中可得到下列的裂孔成長速率關係式：

$$\left(\frac{dr}{d\epsilon} \right)_{spd} \approx \mathbf{a} (0.7N) \left(\frac{2\Omega \mathbf{D}_{gb}}{r^2 kT} \right) \left(\frac{\mathbf{s} - (2\mathbf{g}/r)}{\dot{\epsilon}} \right), \quad (21)$$

其中下標 spd 表示超塑性擴散控制機構。從式(21)可以看出裂孔成長速率與 N 有很大的關係， N 為裂孔周圍與晶界相交的數目，所以 N 會隨著裂孔半徑與晶粒尺寸大小不一樣有所變化。Chokshi 與 Langdon[36]找出 N 與裂孔半徑 r 還有晶粒大小 d 的關係：

$$N \approx 32(r/d)^2, \quad (22)$$

代入式(21)，可得到下列超塑性擴散控制成長速率的關係式：

$$\frac{dr}{d\epsilon} \approx \frac{45\Omega \mathbf{D}_{gb}}{d^2 kT} \left(\frac{\mathbf{s}}{\dot{\epsilon}} \right). \quad (23)$$

從式(23)中可以看出裂孔成長速率與裂孔半徑無關，只與晶粒尺寸以及應變速率有關。當晶粒越小以及應變速率越慢，超塑性的擴散控制成長機構就越重要。

1.4.2.4 裂孔的成長地圖

對於上述所有裂孔成長的經過，從擴散控制成長機構到塑性控制成長機構，還有超塑性擴散成長機構對於擴散控制的修正，Chokshi[38]整理裂孔的成長過程，由成核之後到逐漸成長以後，裂孔半徑增大，裂孔所會經歷過的控制機構做了個完整的成長過程的地圖，繪製成圖 1-9。

其中擴散成長機構，Chokshi 運用 Beere-Speight 的擴散成長模型，且 a 假設為 0.1，所以式(19)等於：

$$\left(\frac{dr}{d\epsilon} \right)_d = \frac{\Omega dD_{gb}}{5kT} \frac{1}{r^2} \left(\frac{s - 2g/r}{\dot{\epsilon}} \right). \quad (24)$$

塑性控制成長機構則用 Hancock 模型，如前面所提的式(7)，其中 A 假設等於 1，可得到下列關係式：

$$\left(\frac{dr}{d\epsilon} \right)_p = r - \left(\frac{3g}{2s} \right). \quad (25)$$

對於超塑性擴散機構則用與 Langdon 所提的模型，如式(23)的關係式。

Chokshi 假設裂孔是夠大的以致於能夠忽略式(24)與式(25)中的 $2g/r$ 與 $3g/2s$ 的兩項，此兩項為毛細現象(capillarity effect)所造成的效應。所以擴散控制機構與塑性控制機構會有前面 Miller 與 Langdon[33]所提到的臨界半徑：

$$r_c = \left(\frac{\Omega dD_{gb}}{5kT} \frac{s}{\dot{\epsilon}} \right)^{1/3}. \quad (26)$$

超塑性擴散控制機構與塑性控制機構也會有一個相交點，此點所對應的半徑 r_{csp} 為超塑性擴散控制機構轉變成塑性控制機構主導裂孔生長的一個臨界半徑，其關

係式如下：

$$r_{csp} = \frac{45\Omega d D_{gb}}{kT} \frac{1}{d^2} \frac{\mathbf{s}}{\dot{\mathbf{e}}}, \quad (27)$$

Chokshi 與 Langdon[30]曾提到過，當超塑性材料的晶粒尺寸越大，超塑性擴散控制機構的效應就會越小，並且推算能夠發生超塑性擴散控制機構的最大晶粒尺寸 $d_{max} \approx 5r_c$ 。超塑性擴散控制機構牽涉到裂孔必須多過一條以上的晶界相交，一般而言，要發生超塑性擴散控制機構，Chokshi 推算裂孔需要等於晶粒尺寸的一半以上，也就說要發生超塑性擴散控制機構的裂孔半徑其關係是如下：

$$r_{osp} = d / 2. \quad (28)$$

1.4.3 裂孔聯合

隨著應變的增加，裂孔的平均尺寸與體積分率也會隨著增加，在這種情形下裂孔與裂孔之間會連結(interlinkage)成更大的裂孔，使得平均尺寸突然快速增加，如圖 1-10 所示，最後進而導致材料破裂(fracture)發生。這種情形在許多超塑性變形試片的斷裂處，可以很明顯地觀察到裂孔體積分率與裂孔尺寸都比遠離斷裂處高出許多。Pilling[39]利用 Stowell[34]所推導出半徑為 r_i 的裂孔與另一裂孔聯合時，其單位空間數目的變化的關係式如下：

$$\Delta N_i = 8V_i N_i^2 \left(1 + \frac{\mathbf{h}\Delta\mathbf{e}}{3} + \frac{\mathbf{h}^2 \Delta\mathbf{e}^2}{27} \right) \mathbf{h}^\Delta, \quad (29)$$

其中 V_i 是半徑為 r_i 的裂孔體積， $\Delta\mathbf{e}$ 為微小應變的增加量。把式(29)除以未聯合

前的單位空間數目 N_i 可以得到裂孔聯合的比例：

$$\mathbf{y} = \frac{\Delta N_i}{N_i} = 8V_f \mathbf{f}(\Delta \mathbf{e}) \mathbf{h} \Delta \mathbf{e}, \quad (30)$$

$$\mathbf{f}(\Delta \mathbf{e}) = \left(1 + \frac{\mathbf{h} \Delta \mathbf{e}}{3} + \frac{\mathbf{h}^2 \Delta \mathbf{e}^2}{27} \right). \quad (31)$$

並推導出裂孔因聯合而增加的平均半徑：

$$\Delta r = \frac{\mathbf{y}(0.13r - 0.37\mathbf{d}\mathbf{r}) + \mathbf{d}\mathbf{r}}{1 - \frac{1}{2}\mathbf{y}}, \quad (32)$$

其中 $\mathbf{d}\mathbf{r}$ 為前面所提因為擴散控制與塑性控制機構所造成裂孔半徑增加，其關係式如下：

$$\mathbf{d}\mathbf{r} = f(r)\Delta \mathbf{e} = \left(\frac{\mathbf{h}}{3} \left(r - \frac{3\mathbf{g}}{2\mathbf{s}} \right) + \frac{\Omega D_b \mathbf{d}}{kTr^2 \dot{\mathbf{e}}} \left(\mathbf{s} - \frac{2\mathbf{g}}{r} \right) \frac{1}{\ln\left(\frac{a}{2r}\right) - \frac{3}{4}} \right) \Delta \mathbf{e}, \quad (33)$$

其中 $f(r)$ 為單一裂孔不受到裂孔聯合的影響而隨著應變獨自成長，其中第一項為為前面提到的 Hancock，式(6)塑性控制成長，而第二項運用前面所提的 Beere-Speight，式(19)的擴散控制成長，且做了些簡略的修正。把單位空間中裂孔會相互聯合所發生比例的第 30 式，與單一裂孔獨自隨著應變增加而成長的第 33 式代入第 32 式，做些整理可以得到下式：

$$\frac{\Delta r}{\Delta \mathbf{e}} = \frac{8V_f \mathbf{f}(\Delta \mathbf{e}) \mathbf{h} (0.13r - 0.37f(r)\Delta \mathbf{e} + f(r))}{1 - 4V_f \mathbf{f}(\Delta \mathbf{e}) \mathbf{h} \Delta \mathbf{e}}. \quad (34)$$

從式中可以很清楚明白，隨著應變的增加進而使得裂孔聯合的比率增加，隨著裂孔聯合比例的增加，裂孔的大小也快速增加。從圖 1-11 可以很清楚看到，隨著

應變的增加，大尺寸的裂孔的數目也隨著增加，而且當應變越接近發生斷裂時的應變，比之較小的應變存在著更大的裂孔尺寸。

1.5 影響裂孔化的因素

對於超塑性變形會發生裂孔化的情形，以下將針對材料內在的本質因素與外在的環境因素，從這兩種不同的角度去探討種種變因如何去影響到超塑性材料在變形時裂孔化情形。

1.5.1 材料的內在本質因素

1.5.1.1 二次相(Hard second phases)

Bae 與 Ghosh[40]在 Al-Mg-Mn-Cu 的鋁合金中發現到預先存在顆粒與母材介面(particle-matrix interface)的小缺陷(defects)，在超塑性變形的初期時，會以類似裂紋(crack-like)的方式生長，隨著更進一步應變，會導致裂孔與顆粒完全的打斷鍵結(debonding)。另外也提到二次相顆粒越大以及介面之間的缺陷越大，越容易隨著應變的增加而快速的使裂孔在介面周圍成形。Ghosh 等人[41]認為這種在介面周圍的缺陷能進一步發展成裂孔，可能是因為在變形時，這些缺陷的周圍會產生應力過度集中，進而使這些缺陷更進一步藉由塑性成長產生裂孔。

1.5.1.2 晶粒的大小與形狀

Lombard 等人[42]針對 Ti-45.5Al-2Cr-2Nb 的合金，以只在 1254°C 經過熱壓延，與接著在 1177°C 下和 1238°C 下熱處理個別處理 4 小時與 2 小時，其晶粒尺

寸的大小列在表 1-2。只經過壓延沒有熱處理的材料有著較好的超塑性，且有著較低的裂孔體積成長參數 η ，相對地，經過熱處理的材料，存在著較高的裂孔體積成長參數 η 。另外經過熱壓延的材料在變形時所發展出來的大尺寸裂孔數目，也少於經過熱處理材料。這是由於只經過壓延的材料，相對於熱處理的材料有著較小的晶粒，使得在變形過程中產生較低的流應力(flow stress)，從式(6)可以知道較低的流應力較不容易使得裂孔塑性成長，且小晶粒的材料容易藉由擴散的過程來緩和晶界周圍的應力集中處，進而使得在晶界應力集中處的裂孔成核與成長能得到緩和的作用。

1.5.1.3 晶界特性(Grain boundary characteristics)

Kobayashi 等人[43]在 Al-Li 合金的超塑性變形過程中發現到，裂孔成核的位置都優先地偏向晶界三交點的位置，且這些晶界至少都是兩個以上的高亂度晶界(random grain boundaries)相連。他們並認為隨機晶界在超塑性變形扮演一個很重要的角色，但這些高亂度晶界在變形時的相連性問題也是一個很重要的考量。

Hirata 與 Higashi[44]針對用粉末冶金法得到含有約 50% 的低角度的 7475 鋁合金，在超塑性變形時會藉由動態再結晶的方式改變晶界特性，從低角度晶界轉變成高亂度的高角度晶界。觀察裂孔化很容易在高亂度的晶界上發生，相對的，在低角度的晶界上就不容易發生。另外與一般用鑄造方式(ingot metallurgy, I/M)且經過熱機處理的 7475 鋁合金比較，一般用鑄造法的 7475 鋁合金有較高的隨機晶界，在超塑性變形時會得到較高的體積成長參數 η ，且裂孔的體積分率與裂孔的尺寸也相對比用粉末法的 7475 鋁合金來的大。這種結果，Hirata 與 Higashi 認為用鑄造法的方式在變形前就已經具有相當大比例的高亂度晶界，以致容易導致裂孔化的情形發生。

1.5.1.4 液態相(Liquid phase)的存在

Iwasaki 等人[45]使用 $\text{Si}_3\text{N}_4\text{p}/\text{Al}-\text{Mg}-\text{Si}$ 的複合材料，在稍微高於部分融化(partial melting)的溫度 560°C 下做超塑性變形測試，實驗結果顯示顯示大於 $2 \mu\text{m}$ 的裂孔相當的少，大部分的裂孔都小於 $1 \mu\text{m}$ ，且裂孔的成長速率是明顯的下降。這種裂孔化受到限制，主要是因為在變形過程中，造成在強化物(reinforcements)周圍的應力集中處，可以藉由液態相的存在來作為這些應力集中的調適機制(accommodation helper mechanism)，更進一步抑制裂孔的成長。

Iwasaki 等人[46]也使用 AA 7475 鋁合金在低於部分融化的溫度 500°C 與稍微高於部分融化的溫度 533°C 兩種溫度下作超塑性變形，實驗的結果顯示 533°C 下的裂孔成長率較低於 500°C 的裂孔成長率，並認為裂孔成長率會受到抑制，主要是因為有少量的液態相存在。這些液態相的存在能做為在應力集中處的緩和作用。

1.5.2 外在的環境因素

1.5.2.1 靜液壓的影響(Effect of hydrostatic pressure)

Pilling 與 Ridley[47]在超塑性鋁合金的拉伸測試試驗中，將試片放入一個容器中並通入惰性氣體，使試片的周圍高於一大氣壓，其示意圖如圖 1-12。隨著通入的氣體壓力越高，超塑性變形所產生的裂孔體積分率與裂孔大小也隨之越小，其中能明顯的減小在超塑性變形所產生的裂孔化的傷害，必須通入氣體壓力高達流應力(flow stress)的一半。

Bampton 等人[48]在細晶的 7475 鋁合金超塑性變形，通入氣體使試片周圍

高於一大氣壓。實驗結果顯示，在靜液壓狀態下的試片，其變形時的超塑性流特徵，如流應力與應變速率敏感係數 m 值等，並不會受到靜液壓的液體影響。超塑性的延展性(superplastic ductilities)與區域的破裂應變會隨著通入的氣體壓力越高而增加，這是因為在變形時所產生的裂孔化情形被減少了，也就說裂孔化在超塑性的最大破裂扮演了一個很重要的角色。

1.5.2.2 溫度與應變速率

增加變形時的溫度與減小應變速率能有效而減小變形時的流應力，從上述的裂孔成核所需臨界尺寸式(4)，可以很明顯的看到，應力越小，成核所需的臨界尺寸也就越大，這意謂著增加變形溫度與減小應變速率，能減少裂孔成核。在低應變速率，將能夠有足夠的時間來緩和(relaxation)，因為晶界滑移導致在晶界上所產生的應力集中，進而減少裂孔化的發生。另外較高的變形溫度，將使得擴散過程能更容易發生，進而減少裂孔化的發生。關於增加變形溫度與減少應變速率能減少裂孔化的發生，在許多學者的研究[26,40-42]都可以能清楚地看到。

1.6 實驗的目的

綜合以上許多的學者的研究，可以清楚地發現到，在超塑性變形的過程中所產生的裂孔化，不僅會影響到材料的超塑性能力，更會影響到超塑性成形後的材料強度。所以對於超塑性材料在經過超塑成型後，如何有效地抑制或控制裂孔化的情形，就成為一個相當重要的課題，尤其當成形後的材料是要應用到結構性材料時，就顯的更為重要。

另外一方面，近來一方面因為環保的議題受到重視與 3C 產業的蓬勃發展，

使得鎂合金逐漸受到重視，鎂合金的應用已經不再侷限一般的 3C 產業外殼，逐漸往結構性的應用發展。關於鎂合金成形從一般的壓鑄成形(die casting)、觸變成形(thixomolding)，以及近來受到注意的超塑性熱壓或熱鍛成形。鎂合金應用超塑性成形在結構性材料上，將不能忽略裂孔化對成形後的工件所造成的影響，然而可惜的是，近年來鎂合金的超塑性研究都偏重在如何開發最好的超塑性鎂合金，對於鎂合金在裂孔化的研究則是付之闕如，這對於將來超塑性鎂合金應用到結構性材料將會是相當的急於知道的研究，所以，本實驗將往以下幾個方向來研究鎂合金在超塑性變形下的裂孔化情形。

- (1) 析出強化型的 AZ91 在晶界上散佈著強度較高 b 相($\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17}$)，與固溶強化型的 AZ31 只存在準單相(quasi-single phase)，這兩種微結構的差異，對於超塑性變形的裂孔化影響。
- (2) 針對 AZ31 在不同的晶粒尺寸下對裂孔化的影響。
- (3) 從低溫 200°C 到高溫 400°C 不同溫度對裂孔化的影響。可以分辨控制在 LTSP 或 HTSP 之裂孔化之機構。
- (4) 高應變速率與低應變速率對裂孔化的影響，可以了解材料在 HSRSP 或 LSRSP 之裂孔化機構。
- (5) 探討應變速率敏感係數 m 值對裂孔化的影響。

第二章 實驗方法

2.1 實驗材料

本實驗材料所選用的鎂合金，分別為 AZ31 (Mg-3Al-1Zn) 與 AZ91 (Mg-9Al-1Zn) 兩種材料。AZ31 的材料是購自加拿大一家 CDN 公司，材料是經由半連續鑄造(semi-continuous casting)方式製造出來的，其購得時的尺寸為直徑 178 mm 和高度 300 mm 的圓柱狀。AZ31 的詳細化學成分列在表 2-1。AZ91 的材料購自中國大陸 Nanjing Welbow Metals Corp.，用鑄造方式製造出來的鑄錠材。AZ91 的詳細化學成分列在表 2-2。

2.2 超塑性材料的製備

原始購得的材料其初始晶粒，AZ91 約 125 μm ，AZ31 約 75 μm ，這些原始材料因其晶粒過大，沒有具備超塑性的要求。所以藉由熱機處理的方式來達到晶粒細化的目的，使得材料具有超塑性的能力。

2.2.1 热擠型製程

本實驗所採用的熱機處理方式是採用熱擠製來達到晶粒細化的目的，並降低材料內部的空隙，更進一步提高材料的機械性質。AZ91 因其原始來源為鑄造方式而來，對於材料的均勻性無法得知，固將 AZ91 放置氣氛爐升溫至 415°C 並持溫兩小時以作為固溶處理，接著在水淬到室溫。做完前製處理後，將購得的材

料材車製成直徑 65 mm，高度 40 mm 的圓柱體，材料要放置於擠型機前，在擠型模具上噴上氮化硼(BN)，以減少擠型時材料與模具之間的摩擦力，並在 280°C~330°C 的溫度之間擠製。擠型出來的材料為棒材或板材，其擠型比均為 100 : 1，其中擠型後的棒材直徑為 6.5 mm，而板材的截面積為 $13.8 \times 2.4 \text{ mm}^2$ 。對 AZ31 材料，是將之擠製成棒材與板材共兩種不一樣的幾何尺寸，AZ91 材料則是擠製成 100 : 1 的板材，針對 AZ31 與 AZ91 兩種不同材料但相同擠型比的 100 : 1 板材，是為了作更進一步了解在析出型與固溶型材料中之裂孔化比較。

擠型比(Extrusion ratio, ER)定義為 $ER = A_0/A_f$ ，其不同的截面積的擠型比如下：

$$ER1 = (65/2)^2\pi : (6.5/2)^2\pi = 100 : 1, \text{ 真實應變量約 } 4.61 \quad (35)$$

$$ER2 = (65/2)^2\pi : (13.8 \times 2.4) = 100 : 1, \text{ 真實應變量約 } 4.61 \quad (36)$$

擠製後的材料面積縮減率(reduction in area)如下：

$$RA1 = \{(65/2)^2\pi - (6.5/2)^2\pi\} / (65/2)^2\pi = 99.0\%, \text{ 挤型比為 } 100 : 1$$

$$RA2 = \{(65/2)^2\pi - (13.8 \times 2.4)\} / (65/2)^2\pi = 99.0\%, \text{ 挤型比為 } 100 : 1$$

本實驗所用的擠型機為國內的功益公司所製造，KCAEP-350E 銅鋁用高溫擠型機。為雙缸橫軸式油壓擠製機，最高出力為 350 噸。

綜合以上經過不同擠型比所得的材料，將之分類如下

- (1) AZ31 經過 100 : 1 挤型比，擠製成棒材的材料稱為 31-E1
- (2) AZ31 經過 100 : 1 挤型比，擠製成板材的材料稱為 31-E2
- (3) AZ91 經過 100 : 1 挤型比，擠製成板材的材料稱為 91-E2

另外將各種不同式片所經過的不同的擠型條件整理在表 2-3。

2.3 實驗流程

經過熱擠製的材料在不同拉伸條件下做機械性質拉伸測試，並觀察變形前後的顯微組織變化，以得到不同材料的鎂合金在超塑性變形後的裂孔化情形，與不同的拉伸條件下的影響。還有對試片做跳躍應變速率測試(jump-strain-rate test)來得到在不同應變下的應變速率敏感係數 m 值得改變，以及步昇應變速率試驗法(step-strain-rate test)來得到不同應變速率的 m 值變化趨勢。另外對變形後的試片，在顯微觀察後所得到影像經過 Optiams 6.0 的影像分析軟體做裂孔的定量分析。整個實驗流程以圖 2-1 來表示。

2.4 機械性質測試

本實驗所使用的拉伸試片為熱擠製出來後的材料，因其擠製出來後的試片有棒材與板材兩種不同的形狀，固將試片車製成圖 2-2 與圖 2-3 兩種不同規格的試片，標距長(gage length)分別為 8.3 mm 及 5.5 mm，而標距長軸與材料的擠製方向平行。另外經過 100 : 1 挤型比擠製成板材的試片，由於車製完後的試片厚度為 2.4 mm，所以將試片經由 800 號與 1000 號砂紙研磨至 2 mm 厚使之符合 ASTM 規範。拉伸試驗機為 Instron 5582 型萬能試驗機，該試驗機配備有三區加熱高溫爐。速度的控制是以固定夾頭速度法(constant cross-head speed)為主，分別對試片進行室溫與中高溫的拉伸測試。室溫的應變速率是以 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 為主，量測材料在室溫的極限拉伸強度與室溫伸長量。而中高溫是以 200°C 、 250°C 、 300°C 、 350°C 、 400°C 、 450°C ，這六種不同溫度為主，並分別施以 $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ 、 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 、 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 、 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 四種不同的初始應變速率進行試片的拉伸測試。由於拉伸測試只能得到試片的荷重與夾頭的伸長量，所以將這些所獲得的資料經由公式，在

電腦上計算並轉換成真實應力(true stress)與真實應變(true strain)。

試片的變形，假定為均勻變形，所以轉換公式可以寫成如下：

$$l = \left[l_d / l_f \right] \times l_m + l_0 , \quad (38)$$

$$e = \ln \left(l / l_0 \right), \quad (39)$$

$$s = s_0 (1 + \Delta l / l_0). \quad (40)$$

其中 l 為試片在拉伸過程中的真實伸長位移， l_d 為試片拉伸過程中，電腦所紀錄的夾頭位移， l_f 為試片拉伸至斷裂，電腦所紀錄的夾頭總位移， l_m 是在試片拉伸後，用游標卡尺量測在試片上所劃的標距長， l_0 為試片起始的標距長， e 為試片的真實應變。 s_0 為試片的工程應力，也就是試片所受的荷重除以起始的截面積， Δl 為工程應變，也就是 $(l - l_0) / l_0$ ， σ 為試片的真實應力。

試片在拉伸到不同的應變後，停止拉伸，並取下試片做進一步的微觀組織觀察。

2.5 微觀組織

把欲觀察的試片位置，以慢速切割機取下欲觀察的位置，在將試片做冷鑲埋，之後再從 800 號砂紙，經由 1000 號、1200 號、1500 號，最後研磨至 2000 號。研磨完後的試片先以 $1 \mu\text{m}$ 氧化鋁粉拋光，在換 $0.3 \mu\text{m}$ 氧化鋁粉拋光，最後施以 $0.05 \mu\text{m}$ 氧化鋁粉做最後的拋光。拋光完後的試片放入丙酮中溶液中並置於超音波震盪器中，將殘存於試片表面的氧化鋁粉震落試片表面。做完這些前置準備後，將試片置於腐蝕液中 1~2 秒，進行腐蝕(etching)以讓試片表面的形貌(morphology)得以顯現。AZ31 的腐蝕液成分為 100 ml 的乙醇(ethanol)+5g 的苦味

酸(picric acid)+5 ml 的醋酸(acetic acid)+10 ml 的水，AZ91 的腐蝕液成分為 5 ml 的醋酸(acetic acid)+95 ml 的水。之後再以光學顯微鏡(optical microscopy)與 JEOL-JSM6400 掃描式電子顯微鏡(scanning electron microscopy)觀察其晶粒結構。

2.5.1 裂孔化的觀察

試片在變形到不同應變後取下試片，以慢速切割機取下標距內的樣本並將樣本做冷埋。之後試片的前置處理如同上述一樣，最到最後的 0.05 μm 的氧化鋁粉拋光完後並用丙酮把氧化鋁粉震落下來，之後並不加以腐蝕處理。接著在用光學顯微鏡觀察與掃描式電子顯微鏡觀察。

2.5.1.1 樣本腐蝕前

先將樣本置於光學顯微鏡下的高低放大倍率下觀察，並用擁有高達 334 萬畫素的 Nikon 廠牌，coolpix995 型的數位相機，將所得的影像記錄下來，使用的影像畫質為相機中所設的 fine 等級，是將原所拍攝的影像壓縮了約 1/4，使用 JPEG 的圖檔，圖檔的尺寸為 2048x1536 像素，每個試片在不同的位置拍攝數張圖片不等。之後再到掃描式電子顯微鏡下，做更細部的觀察，並用相片拍攝影像，再將所拍攝的照片用 Epson 的 1640SU 型的掃描器將照片以 400 dpi 的解析度轉換成數位圖檔。

2.5.1.2 樣本腐蝕後

在上述的圖片拍攝完後，再將試片置於腐蝕液中進行腐蝕，以顯現裂孔與晶界的相對位置，再進行一次光學顯微鏡的觀察。觀察完後的試片，也是一樣進

行掃描式電子顯微鏡的觀察，拍攝影像並轉換成數位圖檔。

2.6 影像分析

影像分析的目的是針對位腐蝕前所拍攝的影像，進行裂孔的體積分率與單位空間中不同大小尺寸的分佈等定量上的分析。在進行影像分析前，必須先對影像做些處理，把所想要的裂孔從影像中分離出來，以下將針對影像處理的方法與體積分率與裂孔大小分析方法作敘述。

2.6.1 影像處理

要把所要觀察的裂孔從所拍攝的影像中分離出來，基本的原理是利用產生裂孔的位置與未發生裂孔的位置，其在影像上的色階差異來分離出所要觀察的裂孔。簡單的舉例，以 AZ91 經過超塑性變形後發生裂孔化所拍攝到一張黑白的照片，並轉換成 8 位元灰階(8 bit gray)格式為例，如圖 2-4(a)。8 位元灰階格式是將全白到全黑的色階區分為 2^8 的間隔，也就是說全白的色階為 0，全黑的色階為 255，中間的 1~254 為灰色的色階，數值越高其黑色的比重就越高。要把裂孔從影像中解離出來，必須設定門檻灰階(threshold gray)，使在影像中低於門檻灰階的部份成為全白的，不顯示其原來的色階，而高於門檻灰階的部份將其全部轉換成 255 的全黑顯現出來。裂孔的色階約略 120 以上，析出物約略 60~90 之間，而背景的色階約 35~50 之間，在圖 2-4(b)~(d)分別為灰階 120，130 與 140 的情形，保守估計選定門檻灰階為 140，如此剩下顯示出來的就是為所要的裂孔部份，如圖 2-4(d)。所有的影像都運用此概念將其裂孔的部份一一解離出來。

2.6.2 裂孔的體積分率

將經過影像處理後的影像，裂孔所佔的像素面積經由影像分析軟體 Optimas 6.0 計算出來。定量立體測量學書[47]中所提的從二維平面上要計算三維空間中特定物體的體積分率，可以用下式：

$$V = \bar{A}_A = A_A, \quad (41)$$

V 為物體的體積分率， \bar{A}_A 為二維平面上物體的平均面積分率。所以裂孔的體積率可以將裂孔在二維平面影像上所佔的像素面積分率，除以原來影像的總像素面積分率而得。每一個試片在不同機械性質拉伸條下，用在上述裂孔化觀察部份所提到的腐蝕前處理方法，在同一個試片不同位置所拍攝的圖檔，每一張圖檔都做體積分率的計算，並求取平均值，作為此試片的裂孔體積分率。

2.6.3 裂孔的大小尺寸分佈

先在 Optimas 6.0 軟體校正影像上每各像素所代表真實面積大小，再將已處理過的影像，使用軟體中的 trace area 的功能將影像中每個單獨的裂孔一一計算出其所佔的像素面積，並換算成等效面積的圓，求得其等效面積圓的半徑。算出所有的等效面積圓的大小與數量後除以影像面積，而得不同裂孔大小尺寸出現的頻率。

2.7 m值的量測

本實驗使用跳躍應變速率試驗法[48]，如圖 2-5 所示。此方法為拉伸試驗期間，在原應變速率上多加一有週期性增加的應變速率，其變化期間相當短，約為真實應變 0.03 到 0.05 之間。所以，因跳躍應變速率所造成顯微結構的改變，是假設忽略不計的，因此可以得到 m 值隨著不同應變的變化趨勢。

第三章 實驗結果

3.1 擠型後之微觀組織

AZ31 經過 100 : 1 擠型比，擠製成棒材的 E1 試片，其在擠製後的材料其後端截面與縱剖面的晶粒都約為 $2 \mu\text{m}$ 的等軸晶粒，如圖 3-1 所示。經過 100 : 1 擠型比，擠製成板材的 31-E2 試片，截取擠製出來材料的最前端與中間段以及最後段，其平板面晶粒如圖 3-2 所示，從圖 3-2(a)中可以很明顯看出擠製出來的最前端位置，預期在熱變形過程中藉由動態在結晶來細化晶粒的機制，並未完全的在材料內部展開。但從擠製中段的圖 3-2(b)與擠製後段的圖 3-2(c)可以很清楚地看到，從中段後晶粒已經很明顯的幾乎完全細化了，且平均晶粒約 $2.9 \mu\text{m}$ 。從擠製後的前中後三段位置的晶粒大小可以推知，要能完全達到晶粒細化，必須是擠製後材料的中間段以後，也就是說要截取下來製成拉身試片必須選取中間段以後材料，前端不穩定長度約一公尺左右。

3.2 機械性質測試結果

機械性質的拉伸測試，將針對 E1 與 E2 這兩種擠型比相同但是幾何形狀不同的試片去做比較，比較室溫的拉伸性質，與從低溫 200°C 到高溫 450°C 之超塑性行為，其中以每隔 50°C 為一個間隔。

3.2.1 室溫之拉伸性質

E1 與 E2 兩種不同幾何形狀的試片在室溫的工程應力-應變圖，如圖 3-3 所示。E1 試片的極限抗拉強度(ultimate tensile stress, UTS)高達 338 MPa，降伏強度達 309 MPa，伸長量有達到 38%，另外 E2 試片的極限抗拉強度與 E1 試片相差無幾，也能高達 329 MPa，但降伏強度卻只有 268 MPa，與 E1 試片相比差了約 14%，但伸長量卻比 E1 好了點，能達 43%。到底是何原因造成 E1 試片與 E2 試片再降伏強度與伸長量的差異，這一部分將在 4.1 節部分探討。但不論如何，經過 100 : 1 擠型比的材料，不論是在棒材，或者是板材，都均比原始所購的材料的極限抗拉強度只有 160 MPa，與伸長量只有 9%，明顯地提高了材料的機械性質，均因熱擠型能有效的使晶粒達到細化所致，詳細差異整理在表 3-1。

3.2.2 200°C 到 450°C 之超塑性行為

表 3-2 列出 E1 與 E2 試片在各種不同溫度與應變速率下的伸長量。不論是 E1 與 E2 試片在 250°C 以上，於 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 應變速率時，均能達到高速超塑性的要求，尤其以 300°C，在 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 能有更好的超塑性表現，其變形後試片如圖 3-4 與圖 3-5 所示，其中以 E1 在 300°C, $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 下，能有 1000% 極佳的伸長量。在 200°C(約 $0.51 T_m$)時，E1 與 E2 都能有良好的低溫超塑性，尤其以 E1 在 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 能有 596% 的伸長量，如圖 3-6 所示。以本實驗所運用的簡單熱擠型製程，的確能達到良好的低溫超塑性與高速超塑性行為，值得更進一步探討在各種超塑性變形過程中的裂孔化情形。

圖 3-7 為 E1 試片在 200°C, 300°C 與 400°C 的真實應力與應變圖。從圖 3-7(a) 所示在低溫 200°C，大於 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 的變形，其應力在應變約 0.3 左右達到應變硬化達到最高應力，而在 $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ 下，過了最高應力後便急速下降，終至斷裂。而在 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 下，過了最高應力有一小段應力軟化，而最後應力才急速下降終至斷裂。在小於 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 的變形下，其應變在變形至降伏點後，應力便緩慢應

變硬化至最高應力，之後應力便又開始應變軟化，而最後當接近斷裂應變便急速下降。在低溫慢速的超塑變形中，應變速率越慢，其達到最高應力的應變越大。

中溫的 300°C ，從高速的 $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ 到慢速的 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ，其應力應變圖從圖 3-7 的(b)圖可以清楚地看到，其外觀極為相似，都是應變在變形至降伏點後，應力便應力硬化至最高應力，之後應力便又應變軟化，而最後接近斷裂應變，應力便急速下降終至斷裂。

高溫的 400°C ，在高速的 $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ 之應力應變圖從圖 3-7 中的(c)圖可以發覺與低溫 200°C 的 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 之應力應變圖相像，都是應力在應變約 0.3 達到最高應力後，發生了一小段的應變軟化後，應力便急速下降終至斷裂。總結以上的低溫 200°C ，中溫的 300°C 與高溫的 400°C 應力應變圖可以發現，在低溫 200°C ，應變速率低於 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ，而中溫 300°C ，應變速率小於 $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ ，以及高溫 400°C ，應變速率慢於 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ，其應力應變圖的外形極為相像，顯見其變形是一種速率控制(rate-controlling)的變形，且隨著不同溫度，其臨界的應變速率也不一樣。

3.2.3 不同應變狀態下之特徵

為了解 AZ31 擠型材在拉伸變形到各種不同應變狀態下之特徵，乃使用經過 100 : 1 擠型比的板材試片為代表，所以接下來所提到的實驗結果，若無特別說明都是 E2 試片的實驗結果。

3.2.3.1 低應變速率的變形條件下

在低應變速率部分是以 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 為主，針對低溫 200°C ，中溫 300°C ，還有高溫 400°C 三種不同溫度，其真實應力應變圖如圖 3-8 所示，變形至各種不同應

變的試片其相對應的真實應變與試片編號整理在表 3-3。從圖 3-8(a)可以看到在其應力應變圖的外形與上述所提的 E1 試片的速率控制變形是相似的。其應力在過了降伏點後便開始緩慢應變硬化，隨著溫度不同其達到最高應力的應變也隨之不同，在低溫 200°C，變形至應變 0.7 左右達到最大應力約 90 MPa，在中溫 300°C，變形至應變 1.3 左右才達到最大應力約 25 MPa，而在高溫 400°C，其應力的變化更是近乎趨近水平，沒有明顯的應變硬化。

3.2.3.2 高應變速率的變形條件下

在高應變速率條部分是以 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 為主，由於 200°C 的拉伸量僅 179%，不利作分段檢測，故僅針對中溫 300°C 與高溫 400°C 兩種不同溫度，其真實應力應變圖如圖 3-8(b)圖所示。變形至各種不同應變的試片其相對應的真實應變與試片編號整理在表 3-3。高應變速率在 300°C 與 400°C 的應力在過了降伏點後便開始緩慢的應變硬化，隨著溫度不同其達到最高應力也不一樣，在 300°C，變形至應變約 1 左右達到最高應力 54 MPa，之後便開始應變軟化，而 400°C，變形至應變約 0.6 左右達到最高應力 35 MPa，以後就開始應變軟化。

3.2.4 塑性異向性(Plastic anisotropy R ratio)

塑性異向性乃是將上述拉伸到不同伸長量的試片，量測其寬度縮減率(R_w)與厚度縮減率(R_t)，來描述試片變形的均勻性，即一般塑性變形文獻定義的塑性異向性 R 值($R = \frac{R_w}{R_t}$ ，這裡 $\varepsilon_w = \ln(w_0/w_f)$ ， $\varepsilon_t = \ln(t_0/t_f)$ ，而 w_0 與 t_0 為試片起始寬度與厚度， w_f 與 t_f 為試片拉伸至不同伸長量後的寬度與厚度[50]。一般文獻上記載具有良好等向變形，其 R 值約在 0.8~1 之間，意味著是等向變形。這在微結構上而言，表示內部晶粒逐漸轉變成等軸且均勻的。圖 3-9 為上述試片量測結果，從結果可以發現到在相同 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 下，隨著溫度越高，其 R 值越趨近於 1。200°C

需要變形至可 100% 才能勉強達到 0.8，而 300°C 起始的 30% 便已經達到 0.8，而繼續變形至 100% 便已經達到 0.9，另外 400°C 只需要變形至 50% 便已經趨近於 1。在 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 的高應變速率下，300°C 的 R 值一開始約 0.8 左右，但變形至 150% 後便慢慢趨近於 0.9，而 400°C 的 R 值約 0.9。如果以在相同溫度 300°C 下，不同應變速率的角度來看 R 值的變化，應變速率越慢其 R 值越接近於 1，如圖 3-9(c) 所示。

3.2.5 不同變形條件下的截面積縮減率

將上述在各種不同變形條件下，變形至不同應變下的試片，量測其標距內 (gage length) 的寬、厚度，採每隔 1 mm 量測一次，其結果如圖 3-10 所示。從圖中可以看到在相同 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 的低應變速率下，在低溫 200°C 變形至 100% 左右就開始產生些許的頸縮現象，在短短 3 mm 距離，其面積就減少 55%，而 300°C 變形至 500% 才產生較明顯的頸縮現象。高溫 400°C 幾乎沒有頸縮現象的發生，而最後一個變形至 424% 的試片在兩端有少許的頸縮現象發生，可能是由於產生太多與太大的裂孔所導致的應力集中現象。在高速 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 下，300°C 變形至接近 300% 才產生明顯的頸縮，而 400°C 變形至接近 200% 便已經發生明顯的頸縮，較 300°C 更早發生頸縮現象。總結觀察所得，在低應變速率 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 下，其頸縮隨著溫度越高越不容易發生頸縮現象；而在高應變速率 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 下，高溫 400°C 較中溫 300°C 更容易發生頸縮現象，可能是高溫後期晶粒成長，使晶粒滑移難以順暢所致。

3.3 應變速率敏感係數測試結果

E1 棒材試片在 200°C 與 300°C，以 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 與 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 兩不同應變速率做

跳躍應變速率測試，得到隨著不同應變，其 m 值的變化，如圖 3-11(a)所示。

另外 E2 試片分別在 $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 與 $8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 兩種不同的低應變速率做跳躍應變速率測試，和 $9 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 與 $2 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 兩種不同的高應變速率做跳躍應變速率測試，其結果如圖 3-11(b)與(c)所示。從結果可以發現到，E1 的 m 值在 200°C 的低應變速率下約在 0.35 左右，而 E2 在 200°C 時之 m 值約在 0.3 左右；在 300°C 的低應變速率下，不論是 E1 試片或 E2 試片基本上都維持在 0.5 左右；另外在 400°C 都低應變速率測試下， m 值從一開始的 0.6 隨著應變增加至 1.5 而慢慢減少至 0.55。

E2 試片在高應變速率下的測試結果，中溫 300°C 約 0.35 左右，而高溫 400°C 的 m 值約在 0.35~0.4 之間。E1 與 E2 試片的 m 值測試結果整理如表 3-4，總體而言，兩者的 m 值極為接近，這代表著其兩者的變形機構並未因擠製後的幾何形狀不同，而有所差異，。

依據 Nieh 等人 [2]的建議，當 m 值在 0.5 左右屬於晶界滑移的變形機構， m 值在 0.33 左右屬於溶質拖曳潛變(solute drag creep)的變形機構。上述所做的跳躍應變速率測試結果，是明顯 m 值，而 Nieh 等人所建議的 m 值為真實 m 值，扣除門檻應力(threshold stress)後的真實 m 值約 0.4~0.6 之間，變形機構為 Nieh 等人所建議的晶界滑移變形機構，接下來的 SEM 結果也符合所建議的變形機構。

3.4 SEM 觀察結果

先前 3.2.3 部分所提到的在不同拉伸條件下，變形至不同應變停下，將這些試片置於 SEM 顯微鏡下，觀察其變形後的表面形貌，其結果如圖 3-12 到圖 3-16 所示。在低應變應變速率下， 200°C 時，變形到 34% 便開始發生裂孔，而反觀 300°C

與 400°C 變形到 100% 左右才產生少數幾個裂孔。另外可以發現到在低溫 200°C 的晶粒一直維持穩定尺寸，沒有明顯晶粒成長，在 300°C ，其晶粒隨著應變增加有些微成長，在 400°C 在變形至 47% 時，其晶粒便已經成長至 $10 \mu\text{m}$ 左右。隨著應變繼續增加， 200°C 的裂孔生成速率遠比 300°C 與 400°C 來的快，而且 200°C 試片的表面晶粒，隨著應變的增加，似乎是一粒粒地被撥離裸露出來，這也暗示著 200°C 下，其變形過程中的補償機制未能完全地發揮作用，以致裂孔產生的速率遠比 300°C 與 400°C 快； 300°C 下，其裂孔的數量，變形至 260% 止，一直維持少數幾個，這也說明了 300°C 以上的溫度已經能提供足夠的能量讓原子發生足夠程度的擴散，來發揮晶界滑移過程中所需的補償機制。

高應變速率變形下，當在 300°C 時變形至 40% 左右，已經可以發現到少數幾個裂孔發生，而在 400°C 時，也是變形至 40% 左右便發現到裂孔。觀察圖 3-16(a) 圖，可以發現 400°C 的高應變速率變形條件下，其剛開始拉伸時之晶粒也已經成長至 $7\sim10 \mu\text{m}$ ，這樣的結果告訴著我們，在升溫至 400°C 到可以變形的過程，與 300°C 和 200°C 相比較，已經能讓晶粒快速成長。若進一步的觀察表面形貌的晶粒，可以發現在高應變速率下，與上述所提的低溫 200°C 的形貌極為相似，都是晶粒一粒粒地被撥離。雖然在 300°C 以上的溫度便已經有足夠能量讓原子發生擴散，來完成補償機制，但在高應變速率下，物質擴散的速率還跟不上其應變速率，致使補償機制仍是發揮不完全。

另外近一步拉高放大倍率觀察，發現到不論是低溫 200°C ，中溫 300°C 與高溫 400°C 的低應變速率，如圖 3-17，以及 300°C 與 400°C 的高應變速率條件下，如圖 3-18，都能發現到晶界滑移後在晶粒表面上所留下的刮痕與鬚晶。若仔細觀察可發現在圖 3-17(c) 圖，也就是高溫 400°C 且低應變速率變形條件下，晶界滑移後所產生的刮痕，與差排運動所造成的晶粒內部呈現階梯狀是同時存在的，其中實線所圈為晶界滑移所造成的刮痕，虛線為階梯狀。另外在高應變速率下，不

論是 300°C 或 400°C 也都可以發現到晶界滑移所產生的刮痕與差排運動所造成的階梯狀，如圖 3-18(a)與(b)圖，實線為刮痕，虛線為階梯狀。這樣的結果告訴我們，在高應變速率變形下，變形機構不僅是晶界滑移，差排的運動也扮演一個重要的角色；而低應變速率變形下，雖只有 400°C 觀察到這樣結果，但並未意謂 200°C 與 300°C 完全沒有，詳細原因需要更待進一步討論與研究。

3.5 裂孔化觀察

在進行裂孔化觀察前，先要了解所觀察試片的深度與位置在何處，才能真正代表在該應變下的裂孔化程度呢？以往的論文都只提及將試片進行研磨拋光，可是卻未提及研磨拋光到何種深度呢？是只有研磨拋光了試片厚度的 10%、20% 亦或者 40%、50%，而這樣研磨拋光不同程度的試片厚度，所觀察的裂孔化程度會相同嗎？針對此一疑問，將 300°C 的高應變速率變形下的 30-2-1~30-2-5 的試片只直接進行拋光而不研磨，如此只移除不到 10% 的試片厚度，這樣進行裂孔化的觀察。這些試片進行完裂孔化觀察後，進一步用 1500 號砂紙研磨移除了試片厚度的 30%~40% 不等，之後再把試片表面拋光，再進行裂孔化觀察。從圖 3-19 可以清楚發現到，在試片內部的裂孔化情形，比只稍微移除試片表面厚度約 10%，其裂孔的體積分率多了約 0.5~1% 不等，應變越大其差異就越大。

對於每一組變形條件下，最後一根斷裂的試片，要取何種位置才能真正代表斷裂應變的裂孔呢？是在靠近斷裂處？還是遠離斷裂處，選取區域應變等於整跟試片的整體應變呢？針對此以疑問，將 30-2-5 的斷裂試片，觀察了靠近斷裂處(其區域應變遠大於整體應變)，與選取區域應變等於整體應變的位置，這兩種不同位置來觀察。從結果圖 3-19 可以清楚看到，靠近斷裂端的裂孔化程度遠大於區域應變等於整體應變的位置。

從以上兩種不同觀察位置，來觀察裂孔化程度，可以為接下來的各種不同的試片的選取與研磨拋光程度，做一簡單的規範：亦即接下的試片，其研磨拋光移除 30%~40% 厚度不等，作為試片的裂孔觀察深度，還有所選擇的應變要區域應變符合整體應變的位置。

3.5.1 試片腐蝕前

3.5.1.1 裂孔的體積分率

圖 3-20 為 E2 試片在不同變形條件，變形至不同應變狀態後的裂孔化結果。在低應變速率 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 下，從低溫 200°C 到高溫 400°C ，應變至 0.7 以下，其裂孔化的程度差異不大，都約佔總體積 1% 左右；然而變形至 0.7 後，高溫 400°C 的裂孔化程度遠比中溫 300°C 嚴重，如果以第一章中(11)式所提的方程式來描述裂孔體積分率的成長， 400°C 的表象成長參數 η_{App} 為 2.7， 300°C 的表象成長參數 η_{App} 為 0.41。一般而言，裂孔成長在高溫下會較低溫來的低，然而在此的實驗結果卻與一般的認知有所差異，詳細原因會留待第四章的實驗討論有詳細的探討。

在 400°C 與 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 高應變速率下，其裂孔所佔的體積分率略高於 300°C 的 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 下所佔的裂孔體積分率。然而以(11)的方程式描述裂孔體積分率的成長，可以發現兩者的表象成長參數差異不大， 300°C 為 0.83， 400°C 為 0.72。

3.5.1.2 裂孔尺寸的分佈

E2 試片以各種不同變形條件，變形至不同應變狀態的裂孔尺寸分佈情如圖 3-21~3-24。從圖 3-21 與 3-23 中可以發現到，從中溫 300°C 的低應變速率到高應

變速率或是高溫 400°C 的低應變速率到高應變速率，其裂孔大小主要集中在小裂孔的範圍居多，不論是從應變初期開始，或是應變至快接近斷裂狀態，一值都是維持小裂孔數目居多。表 3-5 整理出在各種不同變形條件下，應變至不同狀態的大小裂孔佔所有裂孔數量百分比，直徑小於 $2 \mu\text{m}$ 的裂孔在各種應變狀態下，約佔 50~70% 不等，這也告訴我們裂孔中有大部分的比例都是以小型裂孔型態出現。

以直徑大於 $10 \mu\text{m}$ 以上的裂孔之角度，來看待裂孔的尺寸分佈，如圖 3-22 與 3-24。在 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 的低應變速率下，中溫 300°C 出現較大型裂孔的數量與最大尺寸的裂孔，一直都是低於高溫 400°C ，從應變初期的 0.4 左右到應變至 1 左右都是如此。在 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 的高應變速率下，在應變初期 0.3~0.2 左右， 300°C 與 400°C 其出現大型裂孔數量與最大尺寸是相差不大的；但是隨著應變的增加， 400°C 出現大型裂孔之數量與最大尺寸的裂孔，其速率遠高於 300°C 。這樣的實驗結果與一般印象中的越高溫其裂孔生長速率越得以受到抑制是相反，詳細原因，將留待實驗討論的章節再繼續詳細的分析。另外若是以相同溫度但卻不相同應變速率來看，應變速率高，其出現大型裂孔的數量與最大尺寸裂孔會高於低應變速率。

3.5.1.3 裂孔數量的變化

在每單位面積下，所有裂孔的數目隨著應變增加，其變化趨勢如圖 3-25 所示。從圖所示，其裂孔總數除了在應變初期有一明顯增加之外，往後的應變，其裂孔總數約粗略維持在一定值。這樣的實驗結果暗示著，鎂合金在超塑性變形過程中，應變誘發裂孔成核是受到限制的，主要是裂孔成長。另外以相同溫度，不同應變速率的角度來看裂孔數目，應變速率越低其單位面積內所擁有裂孔數目比應變速率高來得低，且溫度越高，兩者的差異越明顯。如果以相同應變速率，不同溫度來看，溫度越低，其裂孔的數量較溫度高者來得高。這樣的結果符合，較

低應變速率，其有較多時間完成晶界滑移變形機制所需進行的補償機制，而越高溫度則能有讓較多原子發生擴散來完成補償機制，致使裂孔成核不易產生。

3.5.1.4 裂孔的長短軸比(aspect ratio)與拉伸之夾角

在 3.5.1.2 部分中所提到，裂孔的尺寸以等效圓面積來換算，在這隨即改為針對裂孔的外觀，用一等效橢圓來計算，可得橢圓的長短軸，以及長軸與拉伸軸所夾的角度 ψ 。在此的實驗結果，把各個試片所觀察到裂孔分為兩部分來呈現，以裂孔直徑小於 $2 \mu\text{m}$ 為一個部分，另外裂孔最大的前 20 個為另一個部分。

在直徑小於 $2 \mu\text{m}$ 這一部分，其結果如圖 3-26 與 3-27 所示。不論是從中溫的 300°C 到高溫的 400°C ，或者從低應變速率的 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 到高應變速率的 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ，其長短軸比，約 50~80% 都集中在 1.5 以下，這也告訴我們，直徑小於 $2 \mu\text{m}$ 的裂孔，絕多數都趨近於一個圓。其長軸與拉伸軸的夾角 ψ ，從 0° ~ 90° 其分佈相當平均，呈現一種近似隨機分佈，並沒有任何一個角度較為突出，其平均值約在 40° ~ 50° 之間，結果符合隨機分佈的平均值夾角 45° 。這樣的結果告訴著我們，裂孔小於 $2 \mu\text{m}$ 的裂孔主要受到原子得以快速擴散，維持其裂孔表面近似一個圓。

以各個試片所觀察到的裂孔尺寸最大的前 20 個，來比較其長短軸比和長軸跟拉伸軸之間的夾角 ψ ，如圖 3-28 與 3-29 所示。若與裂孔直徑小於 $2 \mu\text{m}$ 相比較，可以清楚發現到這些最大裂孔之長短軸比，從大多數的 1.5 往較高數值移動，且長軸與拉伸軸夾角從隨機分佈轉變成往低角度靠攏，這也意謂著其長軸逐漸與拉伸軸方向平行。這樣實驗結果暗示著我們，尺寸較大的裂孔，其背後主導它們生長的因素是塑性機構為主。

3.5.1.5 破斷端之裂孔化情形

將 3.2.3 部分所提及的拉伸至破斷的試片，截取靠近破斷端部分，將其拋光拍下整個試片的裂孔化情形，如圖 3-30 與 3-31 所示。在 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 低應變速率下，隨著溫度越高，其裂孔化的程度也越嚴重；但如果比較試片外觀，可以清楚發現到低溫 200°C 的區域頸縮現象相當嚴重，中溫 300°C 其頸縮現象已較 200°C 改善許多，為擴散頸縮現象，再繼續看到高溫 400°C ，試片兩側已經是平行狀態，幾乎沒有頸縮現象。這樣的結果告訴我們，低溫 200°C 下，使試片破斷的主要因素以差排滑移導致應變硬化集中於破斷端所致；而中高溫以上，因晶界滑移貢獻比重增加，差排運動貢獻於變形比重降低，使得破斷呈現擴散頸縮現象。

在 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 下，中高溫的破斷與低溫 200°C 相較，其頸縮偏向擴散頸縮現象，且其裂孔化也比 200°C 嚴重。比較 300°C 與 400°C 其裂孔化情形，可以發現 400°C 的裂孔化程度比 300°C 嚴重，這結果與一般所認知的較低溫其裂孔化較嚴重有所出入，詳細原因一樣留待下章再做分析。

若以相同溫度不同應變速率做比較，可以發現應變速率較低，其裂孔大小與數量所呈現是大而少，而應變速率較高，則是小而多。這意謂著應變速率較低，則是有較足夠時間讓裂孔成長且發生裂孔聯合現象，而應變較高，其裂孔成核較容易。

3.5.2 試片腐蝕後

3.5.2.1 晶粒大小變化與成長非等向性

E2 試片於各種不同變形條件下，變形至不同應變狀態後，取下試片拋光腐蝕並用截線法(linear intercept method)沿著平行於擠製方向(亦即平行於拉伸軸方

向)與垂直於擠製方向(亦即垂直於拉伸軸方向)，量出沿著兩方向之晶粒大小，結果如圖 3-32 所示。

從圖中可以很明顯看到，在高溫 400°C 的應變初期，晶粒已經成長是 $8\sim10 \mu\text{m}$ 左右，而反觀中溫 300°C 的應變初期，晶粒依然維持在 $3\sim5 \mu\text{m}$ 的等軸晶，不論是在 $6\times10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 的低應變速率下或 $1\times10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 的高應變速率下都是如此。這樣結果告訴我們在升溫至 400°C 過程中，其晶粒成長速率遠大於 300°C ；然而此結果是靜態升溫與動態變形的結果，要有單純的靜態升溫至 400°C 的晶粒變化結果，才能量化靜態升溫與動態變形的貢獻。

在 $6\times10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 下，隨著應變增加其晶粒是逐漸成長，且有著明顯的非等向性的成長，平行於拉伸軸方向的成長速率大於垂直於拉伸軸方向，意指晶粒逐漸呈現橢圓狀。在 $1\times10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 下，隨著應變增加，晶粒成長至某一大後，便明顯開始發生動態再結晶，出現晶粒再次細化，其中以 400°C 最明顯，而高應變速率下，其晶粒成長依然出現非等向性。

3.5.2.2 裂孔形成位置

從圖 3-33，裂孔出現的位置絕大多數都是在晶界或晶界三交點上，少數出現在晶粒內部。另外可以發現到裂孔常常會以晶界上為擴散的通道，使其成長，如圖 3-33(h)，且還可以發現到有些裂孔與多數晶界相交又仍呈現是近似圓形的外觀，此為超塑性擴散的明顯證據。此結果符合先前在小裂孔外觀部分所得到，其長短軸比小於 1.5 且角度呈現隨機分佈，所推論小裂孔為擴散(或超塑性擴散)方式成長。總體比較試片腐蝕前後，從低應變速率到高應變速率與低溫到高溫，可以發現裂孔的外觀都呈現較平滑的圓形或橢圓，除了應變快接近斷裂時，會出現如圖 3-30，裂孔的外觀是不規則形狀。

第四章 實驗討論

4.1 棒狀與板狀試片之差異探討

4.1.1 擠製後的晶粒差異

在相同的擠型溫度下與相同的擠型比下，棒狀的 E1 試片之超塑性伸長量比板狀的 E2 試片還高。如在高應變速率的 $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ 下，其低溫的 200°C 到 250°C 其伸長量差異不大，但高於 300°C 的溫度後，其伸長量差異有到 60~70% 左右。在往更低的應變速率來看，如 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 來看，其差異有到 200% 左右，有些甚至更大。為何會有如此大的差異呢？一般在擠製棒狀的 E1 試片，擠出的成品有 3 m 長，其花費時間約 30 分鐘左右，而板狀的 E2 試片，相同的長度，其花費時間至少約 2.5 小時。將擠出長度與花費時間，粗略的回推推桿的前進速率，棒狀與板狀試片的推桿速率分別為 0.017 mm/s 和 0.003 mm/s 。依據 Manufacturing Processes for Engineering Materials [51]書中所提，假設擠型胚料的死區(dead zone)與擠型軸方向夾 45° ，其胚料變形的平均應變速率公式如下：

$$\dot{\epsilon} = \frac{6V_o}{D_o} \ln R, \quad (42)$$

其中 V_o 為推桿的前進速率， D_o 為胚料的直徑大小， R 為擠型比。如此推算出棒狀的應變速率約 $7 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 而板狀的應變速率約 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ，其兩種的應變速率差了約 7 倍。

本實驗室 [52] 曾對不同擠型速率對再結晶晶粒大小的關係，藉著 Zener-Holloman 參數(Z parameter)，建立一關係式，其中 $Z = \dot{\epsilon} \exp(Q/RT)$ ，之中

Q 為活化能， R 為氣體常數， T 為絕對溫度，其關係式如下：

$$\ln(d) = 27 - 0.95 \ln(Z). \quad (43)$$

從此關係式中可以發現到，在相同溫度下，應變速率越高其 Z 參數就越大，而再結晶的晶粒就小。筆者曾經把相關係數帶入計算，E1 棒材的 $\ln(Z)$ 值為 $23.38 s^{-1}$ ，而所得的 d 大小為 $120 \mu m$ ，E2 板材的 $\ln(Z)$ 值為 $21.43 s^{-1}$ ，而所得的 d 大小為 $766 \mu m$ 。但實驗所得的 E1 平均晶粒為 $2 \mu m$ ，E2 平均晶粒為 $2.9 \mu m$ ，這與實驗中的所擠至出來的晶粒尺寸有著極大的差異。筆者推論可能在計算試片的擠出速率有所不同所造成；但不論如何，從 Z 參數概念提供了，不同熱加工條件，如工作溫度，應變速率等會造成不一樣的再結晶晶粒大小的想法。所以從棒材與板材擠出速率的差異推斷，棒材的平均晶粒約小於板材 $1 \mu m$ 左右。

4.1.2 降伏應力的差異

棒材的 E1 試片與板材的 E2 試片在室溫的降伏強度分別 309 MPa 和 268 MPa ，兩者存在 30 MPa 的差異。根據 Lin 等人 [53] 等人對鎂合金所提降伏應力的相關 Hall-Petch 關係式： $\sigma_{YS} = 56 + 348 d^{1/2}$ ， σ 的單位為 MPa ，而 d 的單位為 μm ，將 E1 棒材的降伏應力與 E2 板材的降伏應力帶入計算，所得晶粒分別為 $1.9 \mu m$ 與 $2.8 \mu m$ ，而 Lin 等人的 AZ31 經過 $166:1$ 高擠型比的板材，其降伏應力為 280 MPa ，而擠製後的晶粒為 $2.5 \mu m$ 。從降伏應力的理論計算所提之晶粒與 3.1 節所得的實驗結果極為接近，推論棒材與板材其降伏應力上的差異，其實是因其晶粒大小不同所造成。

4.1.3 超塑性行為的差異

一般在描述一物質的超塑性行為的基本方程式，都可以整理寫成下列的形
式：

$$\dot{\epsilon} = A \left(\frac{b}{d} \right)^p \left(\frac{s}{E} \right)^n , \quad (44)$$

其中 A 為定值， b 為布格向量(Burgers vector)， d 為晶粒尺寸， E 為彈性係數， p 是晶粒尺寸指數， n 為應力指數($n=1/m$)， p 與 n 皆是大於 1 的數值。若把(44)式改寫成式(1)的形式，其可寫為下式：

$$s = B \dot{\epsilon}^{1/n} \left(\frac{d}{b} \right)^{p/n} , \quad (45)$$

從式中可知，在一定應變速率下，隨著晶粒越大其流應力就越大。在圖 3-7 與 3-8 中，可以比較得到 E1 與 E2 流應力差異，在相同應變速率下，E1 的流應力略低 E2 流應力，從這可推論 E1 試片的晶粒尺寸約略低於 E2 試片，這也符合上節依據 Hall-Petch 理論所推的晶粒尺寸差異。在表 3-4 所整理的 E1 與 E2 的 m 值是相同，這意謂其變形機構是相同，都是以晶界滑移為主，並未因為這兩種試片不到 $1 \mu\text{m}$ 的晶粒差異有所改變。

E1 與 E2 在超塑性變形後，從表 3-2 可以明顯地看出 E1 的伸長量優於 E2，雖然上述已經推論 E1 與 E2 有著不到 $1 \mu\text{m}$ 的差異，但其變形機構是相同，在這要發出一個疑問，難道有著這樣不到 $1 \mu\text{m}$ 的晶粒大小差異，居然有著如此大的伸長量差異嗎？一般而言，一材料於超塑性變形後的伸長量，是內部微結構與材料本身基本特性整體表現，材料的晶粒尺寸只是其中一環，另外如材料的擇優取向(preferred orientation)，起始的缺陷，試片的幾何形狀影響裂孔發展等都會影響材料的整體表現，僅單憑一個晶粒大小差異的變數來解釋其伸長量之差異，是證據不足的，故在此沒有其他差異的比較是無法提供一個明確的解釋。

4.1.4 影響棒材與板材之應變速率的探討

從以上的討論知道棒材與板材因其擠出速率不同造成其製程應變速率不同，進而影響到再結晶晶粒大小，更進一步影響到機械性質與超塑性行為的表現，這是何故呢？已知在相同材料，相同擠製溫度與擠型比下，以及相同模具角度還有提供擠型機的油壓馬達相同電流使其主推桿的出力相同，僅因為一個擠型孔的幾何形狀不同，卻造成如此差異，是何原因呢？在 4.1.1 節有討論到棒材的擠製速率大於板材，其背後所代表的是在相同主推桿施力下，實際傳遞力量用於材料塑性變形上有所差異。一個主推桿施力於胚料塑性變形擠出，推桿與材料之間的力量關係可以用簡單的數學關係式表示： $F=F_y+F_f+F_r$ ，其中 F 為主推桿的施力， F_y 為用於克服材料降伏應力而塑性變形所需的力量， F_f 為胚料與模具之間的摩擦力， F_y 與 F_f 的力量只會因材料特性與胚料和模具夾角不同而有所差異，還有 F_r 為克服區域不均勻變形所需的多餘力量。從式中可知，有著相同條件的擠製， F_y 是相同，而 F_f 因圓形擠型孔的周長為 20.2 mm 比板狀擠型孔周長的 32.4 mm 長，所以板材的摩擦力會比棒材大，但其差異並未太大。 F_r 會因為所設計的擠出孔的幾何形狀不同而造成區域不均勻變形不同，進而影響到 F_r 所需的力量不同。

雖然沒有詳細的不同幾何形狀對區域不均勻變形所需的 F_r 資料，但從棒材的擠出速率大於板材，以及在相同主推桿力量下，並假設棒材與板材的摩擦力差異是可以忽略，可以推論圓形的擠型孔所造成的 F_r 小於矩形的擠型孔，如此主推桿的力量就有更多餘力量可以用於提高應變速率所需的 F_y 進而提高 Z 參數值，而更能細化擠製後的晶粒。當然詳細的不同幾何形狀的擠型孔，其所造成的區域不均勻變形需要借助電腦模擬軟體來提供更正確的差異才能更進一步去量化再結晶晶粒大小。

4.2 不同溫度與應變速率之塑性異向性差異的探討

一般超塑性材料的整體應變可分為三種不變形機構的貢獻，關係式可以寫成： $\varepsilon_{\text{tot}} = \varepsilon_{\text{GBS}} + \varepsilon_{\text{IS}} + \varepsilon_{\text{DC}}$ ， ε_{GBS} 為晶界滑移變形機構所貢獻應變， ε_{IS} 為穿晶差排滑移所貢獻應變， ε_{DC} 為擴散潛變所貢獻應變。其中晶界滑移與擴散潛變兩種變機構並沒有方向上的限制，亦即在寬度與厚度上的應變是相等；然而穿晶差排應變在晶粒內的差排運動，會受到滑移系統的方向限制，尤其對一些有強烈的擇優取向的材料，則會使某些方向的變形能力特別好。而本實驗所運用的熱機處理方式會使擠製後的材料有著極強烈的{0002}的面織構存在，從許多的所報導的文獻可以得到證實，如 Wang 等人[52]。

在相同應變速率，但不同溫度下，晶界滑移與擴散潛變對整體應變的貢獻，會隨著溫度越高貢獻越大。在圖 3-17 當中可以發現到以 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 變形，在 400°C , 300°C 與 200°C 都有晶界滑移的痕跡，然而在圖 3-11(b)所量測的 m 值和表 3-4 所整理，可以發現到其以 400°C 的 m 值最大，其次 300°C ，最後是 200°C ，這告訴著我們高溫 400°C 的晶界滑移與潛變擴散的貢獻對穿晶差排應變的大，以致其 R 值最高， 300°C 次之， 200°C 最小。

若是以相同溫度但不同應變速率來相比較 R 值的變形，如圖 3-11(c)在 300°C 但卻不同應變速率， $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 應變速率時之 R 值高於 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 應變速率。對於超塑性材料而言，越往高應變速率區()，其應變中的貢獻來自穿晶差排應變的比重就越大。所以對於 300°C 而言， $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 已經往高應變速率()移動，使得穿晶差排應變對於整體應變的比重會大於 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ，使得其 R 值會小於 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 。若要更詳細地定量描述三種不同變形機制對應變的貢獻比重，可以做

刮痕實驗(marker line)來定量描述。

4.3 晶粒成長趨緩之原因探討

本實驗室的林鉉凱學長[54]曾做過 AZ31 經過 166：1 擠型比的板材，在不同溫度下退火，其晶粒的變化與圖 3-32(a)的實驗結果，以時間與晶粒大小變化繪成圖 4-1。從圖中可以發現到單純的靜態退火的晶粒成長速率是遠低於動態變形時的晶粒成長速率，顯見在超塑性變形下的應變加速其晶粒的成長。

4.3.1 超塑性應變誘發晶粒成長

對圖 3-32 其晶粒變化，將之繪成晶粒成長速率對應變做圖，如圖 4-2 所示。可以發現到應變速率越高，其初始晶粒成長速率就越快，這與 Wilkinson 與 Ca' ceres[55]提出在超塑性變形過程中，晶界滑移變形機制所導致的應變誘發晶粒成長，在適合超塑性材料變形的應變速率區間($\dot{\epsilon}$ 區)，其單位時間的晶粒成長速率與應變速率的關係式：

$$\dot{d}_e = ab\dot{\epsilon}d , \quad (46)$$

得到呼應，其中 α 為晶界滑移對整體應變速率的貢獻比裂， b 在每單位晶界滑移下其晶界遷移的距離， d 為晶粒尺寸。依據 Wilkinson 與 Ca' ceres 推論應變誘發晶粒成長的背後機制說法，在晶界滑移過程中，會在晶界三交點(triple junction)處產生一傷害區(damage zone)，提供晶界遷移的驅動力，不過詳細的機制，到目前仍不是很清楚。

從(46)式可知晶粒成長速率為一正值；但是從圖 4-2 可以發現到，不論是高低應變速率的變形都隨著應變的增加，其晶粒成長速率逐漸減緩，更甚在 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 高應變速率還呈現負成長，這意謂著有晶粒細化發生，阻礙晶粒繼續成長。

另外對(46)式積分，可以得到晶粒大小對應變的關係式：

$$d = d_0 \exp(ab\epsilon) , \quad (47)$$

d_0 為起始晶粒。可知晶粒隨著應變的增加，其大小的增加會呈現一種指數形式的成長，也就是說其成長的曲線，是往上揚；但從圖 3-32 發現，其晶粒成長的趨勢是呈現一種對數形式，曲線會逐漸趨緩。從實驗的結果可發現到，不論在低應變速率或高應變速率，在應變初期，其晶粒成長速率都符合應變誘發晶粒成長的理論；但隨著應變增加，其晶粒的成長就逐漸趨緩，與應變誘發晶粒成長的理論有著很大的差異，這顯見有著晶粒細化發生來抑制晶粒繼續成長，詳細機制將在下節討論。

4.3.2 熱變形下之動態再結晶

一般的動態再結晶大致可以分為兩大類，一類為連續再結晶(continuous recrystallization)，另一類為非連續再結晶(discontinuous recrystallization)，其中連續再結晶常會在高疊差能(stacking fault energy)的金屬或合金發生，例如 FCC 結構的鋁合金，BCC 結構的鋼材。非連續再結晶常會在低疊差能的合金中發生，如鎂合金便是。

對於非連續再結晶過程中的晶粒演化情形可以分為兩大類，如圖 4-3(a)~(d) 為起始較大的晶粒，遭受到較高的應變速率變形，亦即 4.1.1 節所提，其有較高

的 Z 值，則會發生晶粒細化的結果。此運作的機制，也是本實驗所運用的熱機處理原理。但如果起始的晶粒為較小的晶粒，則其變形機構並非和較大的起始晶粒一樣，運用穿晶差排運動，而是以晶界滑移的變形機構，如此不但不會讓晶粒細化，反而如同上節所提應變誘發晶粒成長，其晶粒演化就如同圖 4-3(e)所示，由實線之較小晶粒成長至虛線的較大晶粒。如果來看不同起始晶粒其在流應力與應變圖的變化情形，如圖 4-4 所示，較大的起始晶粒在 σ/ε 圖中，因晶粒逐漸細化，使的以晶界滑移方式的比重逐漸提高，盡而造成流應力下降，所以僅會有一明顯高峰出現；但較小的晶粒在 σ/ε 圖中，因變形開始以晶界滑移方式進行變形造成晶粒成長，使得流應力上升，但成長後的晶粒不利於晶界滑移變形，使得穿晶差排運動的比重增加，又促使再結晶的晶粒細化再發生，而流應力又下降，兩者不斷地反覆進行，則使流應力出現抖動震盪情形。

4.3.3 晶粒成長與動態再結晶之動態平衡

以 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 在不同溫度的變形，從圖 3-32(a)的結果，似乎沒有發生動態再結晶使之晶粒細化。但從 4.3.1 節的討論中，可知以 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 變形是有發生動態再結晶使晶粒細化來抑制晶粒成長。只是 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 變形，其晶界滑移比重較高，從 m 值可以得知，而其穿晶差排運動較少，進而使之動態再結晶的成核率較低，無法明顯地從圖 4-2 看到明顯晶粒成長速率變為負值，但應變誘發晶粒成長與動態再結晶，兩者的共同作用，變使晶粒達成某一定值，而晶粒成長速率也沒有繼續增加，而逐漸趨近於零，這從圖 3-32 與圖 4-2 的結果，都可以說明此兩者的共同作用達到穩定的動態平衡。

以 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 在不同溫度的變形，從圖 3-32(b)與 4-2 已可以清楚地看到發生動態再結晶使之晶粒細化。為何 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 變形會發生較 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 明顯地晶粒細化呢？從(46)式可知，應變速率越快，其晶粒成長速率則越快，這將導致在快速

晶粒成長，但較大的晶粒成長則導致晶界滑移較不易進行，反而使穿晶差排運動對整體應變的貢獻比重增加，大量穿晶差排產生，進而提高動態再結晶的驅動力與成核數量，因而使晶粒細化再發生。整體晶粒細化的結果又反而使得晶界滑移容易進行，一旦以晶界滑移變形機構運作，則又提高晶粒成長速率，使之晶粒再發生成長，如此晶粒成長，晶粒細化反覆進行，最後達到動態平衡，在應力應變圖上則會呈現抖動形式，如圖 3-8(b)所示。

以 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 變形，其晶粒成長快速，動態再結晶發生細化也快速，所以使得圖 4-2 之晶粒成長速率-應變圖，呈現一個明顯的振動型態。其中以 400°C 的 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 最為明顯，是因為在升溫至開始變形過程中，其靜態晶粒成長較 300°C 快，所以起始變形時， 400°C 的晶粒較 300°C 大，因此此整個系統最為劇烈的晶粒變化。而 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 變形速率較慢，其晶粒成長速率較慢，動態再結晶發生晶粒細化沒有高應變速率明顯，所以整個系統以緩慢地達成動態平衡。從圖 3-33(b), (d), (f), (h)，試片在變形後再腐蝕所呈現的晶粒型態，其大晶粒的周圍都會伴隨著小晶粒，可以得到佐證。

總結以上推論，可知擠製後的試片，在超塑變形過程中，晶粒成長與動態再結晶會同步發生，最後使試片達到穩定的晶粒尺寸，在不同變形條件，則會有不同的穩定尺寸。

4.4 裂孔成長機構分析

4.4.1 理論分析

從第一章所介紹裂孔成長機構，可分為擴散機構、塑性機構以及超塑性擴

散機構。接下來將從這些理論的預測，比較與實驗結果所得，以了解吻合何種機構。

4.4.1.1 擴散成長機構之理論分析

運用(24)式所提的 Beere-Speight 模型，對其做積分，並假定裂孔為球體，可得到下式：

$$\frac{4}{3}pr^3 = \frac{4}{3}pr_o^3 + \frac{4p\Omega dD_{gb}}{5KT} \frac{\mathbf{s}}{\dot{\mathbf{e}}} \mathbf{e} , \quad (48)$$

等式左邊為任意應變下的裂孔體積，等式右邊第一項為起始裂孔體積，第二項為隨著應變增加所增加的裂孔體積。將(48)式除以單位試片體積 V_o ，可寫成下式：

$$C_m = C_o + \frac{4p\Omega dD_{gb}}{5KTV_o} \frac{\mathbf{s}}{\dot{\mathbf{e}}} \mathbf{e} , \quad (49)$$

其中 C_m 為所量測到裂孔體積分率， C_o 為應變為零下的裂孔體積分率。各種不同變形條件的各項參數整理在表 4-1，代入計算所得，整理在表 4-2。從擴散理論所預測的結果，其裂孔體積分率的增加將會是微乎其微，然而在圖3-20的實驗結果所得，可以發現到裂孔體積分率隨著應變的變化，卻並非如此，所以推論，在整個變形過程中，整體的裂孔成長應不會到由擴散機構所主導。

4.4.1.2 塑性成長機構之理論分析

塑性成長機構，其中最強調的則是裂孔體積分率成長參數 η ，運用(12)式求出理論的成長參數，將其繪在圖 4-5。從理論的估算可知，當 m 值從 0.3 到 0.6，其 η 約為 3.4 至 1.4，在圖 3-20 所得的不同應變下之裂孔體積分率變化，所求的

η_{App} ，與理論值比較，列在表 4-3。從表中可以發現到在低溫 200°C 與中溫 300°C 的 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ，300°C 與 400°C 的 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ，其值明顯都小於理論估計值，只有高溫 400°C 的 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ，其 η 為 2.7 較接近理論值，但比理論值高了一點。從理論與實驗結果來看，似乎只有高溫 400°C 的低應變速率為塑性機構成長，其他較低溫度與較高應變速率，都不是塑性機構成長。

4.4.1.3 超塑性擴散機構之理論分析

將 3.5.1.2 節所得各個不同試片的裂孔尺寸，求出其平均值，將之繪在圖 4-6。另外運用(23)式，求出理論估計值，將之列在表 4-4，與實驗結果圖 4-6 相比較，300°C 的低應變速率與 300°C 和 400°C 的高應變速率，其實驗結果與理論算估算出的，似乎較接近，從上節所討論與此節比較，這些變形條件的裂孔成長，以整體裂孔平均值和體積分率來看，似乎較偏向超塑性擴散機構主導其裂孔成長。400°C 的低應變速率，在應變初期時，其晶粒只成長至 $10\sim15 \mu\text{m}$ ，理論所估算的成長速率， $dr/d\epsilon$ 約在 $9\sim3 \mu\text{m}$ 左右，但實驗結果卻是 0.24，有著一段差距；但當應變後其時，理論值與實驗結果幾乎相等。對於 400°C 的低應變速率而言，這樣的比較結果所得結論是，在應變初期，裂孔成長可能是其它機構所主導，而後期轉換為超塑性擴散機構主導裂孔生長。另外一般印象中，較低溫度或者較高應變速率，一般都是由塑性機構所主導裂孔生長，但實驗結果與理論估算值比較，卻得到是超塑性擴散機構生長，有著極大的出入。顯然地，如果只單從裂孔的體積分率與裂孔平均半徑，這幾個觀點來比較是何種裂孔成長機構，似乎無法具體描述真實裂孔生長機構。

基於上述幾個理由，裂孔的成長機構分析，不能單從整體裂孔的各項平均值來分析。從實驗結果 3.5.1.2 節部分所提，不論在何種變形條件下，裂孔的尺寸分佈，似乎都集中在小裂孔為多數，其中從表 3-5 所整理，不論是何種變形條

件的各應變，其中直徑小於 $2 \mu\text{m}$ 的裂孔都佔了 50~70%，佔了整體數量大多數。如果以平均值角度來看到整體裂孔尺寸變化，一些較大尺寸的裂孔但其數量較少，往往會被這些小尺寸裂孔但其數量較多，把其平均值降低，如此就無法看到大尺寸裂孔的變化。所以接下來部分，將把裂孔分為兩部分來討論，如實驗結果所呈現的，一是裂孔直徑小於 $2 \mu\text{m}$ ，另一個則是變形至不同應變的各試片，其最大前 20 個裂孔為另一部份來討論。

4.4.2 裂孔直徑小於 $2 \mu\text{m}$

將實驗結果 3.5.1.4 所提部分，求取出其各項平均值，將之列在表 4-5。單從表中所列的長短軸比及橢圓長軸與拉伸軸夾角，不論是何種變形條件，其形貌近乎趨近一個圓，且其角度分佈呈現隨機分佈，從形貌上的觀點而言，這是很明顯的擴散或超塑性擴散成長機構所致。但如果從另平均直徑上而言，其大小似乎不是很有規則的隨著應變增加而成長，對於四種不同條件，幾乎維持在 $1 \mu\text{m}$ 左右跳動，可以估算其成長速率是很小的，這非常接近擴散成長機構，尤其鎂之擴散速率較其他金屬，如鋁、銅、鐵快，故此結果是可以了解的。所以推論這些直徑小於 $2 \mu\text{m}$ 是藉由擴散機構成長。

4.4.3 最大前 20 個裂孔

4.4.3.1 在 300°C ，以 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 變形

從應變初期至 1.28，這些大型裂孔，其長短軸比約在 1.5 左右，與拉伸軸夾角約 $40\text{--}20^\circ$ ，這些形貌上的結果與小裂孔相比較，似乎有逐漸受到塑性成長機構的影響，但仍不明顯。反倒從裂孔平均直徑上的變化來看，其裂孔成長速率 $dr/d\varepsilon$ 從 0.04 增加至 $1.86 \mu\text{m}$ ，而此時平均晶粒也成長至 $8\text{--}9 \mu\text{m}$ 左右，這與表 4-4

所列的超塑性擴散機構推論的成長速率， $dr/d\varepsilon=1.03 \mu\text{m}$ ，相當接近，另外此時裂孔也符合超塑性擴散機構所要求的裂孔直徑須達到 $1/2$ 以上晶粒大小。所以綜合以上比較，可知應變從開始至 1.28 左右，其大型裂孔的生長大致是依循超塑性擴散機構成長。

當應變大於 1.28 至破裂，大型裂孔的長短軸比，已由 1.5 增加至 2.0 或 2.5，這意謂著已從一個近似圓，轉變成一個橢圓，且其長軸與拉伸軸平行，這些形貌上的改變，已經強烈說明裂孔已從超塑性擴散機構轉變成塑性成長機構。從平均值徑的變化，其裂孔成長速率 $dr/d\varepsilon$ 從 $2.14 \mu\text{m}$ 增至 $4 \mu\text{m}$ ，而此時平均晶粒大小已經成長至 $10 \mu\text{m}$ 以上，這樣裂孔成長速率已經大於超塑性擴散機構所預測理論值了。所以綜合比較，可知當應變至 1.28 以後，裂孔的生長已由超塑性擴散機構轉變成塑性機構成長。

4.4.3.2 在 400°C ，以 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 變形

從應變 0.38 至 0.75，大型裂孔的長短軸從 1.87 轉換成 1.61，長軸與拉伸軸夾角也從 16° 左右轉變成 35° ，從形貌上而言，裂孔從塑性成長機構轉變成超塑性成長擴散機構。平均裂孔成長速率約 $5.3 \mu\text{m}$ ，與理論預測晶粒在 $12\sim15 \mu\text{m}$ 的超塑性擴散成長機構相當接近，而此時實際的平均晶粒也約 $10\sim13 \mu\text{m}$ 左右。所以綜合比較，推論應變開始到 0.75，在應變初期時，大型裂孔會經歷一小段的塑性機構成長，使得裂孔大小約等於 $1/2$ 晶粒尺寸後，可以進行超塑性擴散機構成長，而之後裂孔持續進行超塑性擴散成長到應變 0.75 左右。

當應變從 1.05 至破裂，大型裂孔的長短軸從 1.86 緩慢轉變成 2.35，長軸與拉伸軸夾角已從 30° 左右緩慢轉到 15° 左右，形貌上的改變，顯示裂孔成長機構是由超塑性擴散機構緩慢轉換到塑性機構所主導。另外裂孔成長速率 $dr/d\varepsilon$ 從 10

μm 增加到 $30 \mu\text{m}$ ，之後快速增加到 $80 \mu\text{m}$ ，這顯示擴散速率從接近超塑性擴散成長機構，而轉變成塑性機構，但後期如此快速的裂孔成長速率，裡面已夾雜著裂孔聯合的發生，以致快速生長。

4.4.3.3 以 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ，在 300°C 與 400°C 之變形

在 300°C 下的高應變速率變形，整個不同應變的試片，整體而言，其長短軸以及長軸與拉伸軸夾角都呈現橢圓外觀，並與拉伸軸平行。形貌上所呈現的結果以告訴我們，裂孔的成長是由塑性機構所主導生長。裂孔成長速率 $dr/d\varepsilon$ 約 $7 \mu\text{m}$ 左右，這已經遠大超塑性擴散成長機構所預測的速率。另外應變至 1.37 與 1.81 的試片，所量測出的裂孔不長反而縮小，筆者到目前為止仍是不清楚原因，推論可能是試片的裂孔取樣位置，不符合區域應變的位置所致。不過整體來看， 300°C 的高應變速率變形，其大型裂孔的成長機構，不論是從應變初期或後期，都是由塑性機構所主導。

在 400°C 下的高應變速率變形，整個不同應變狀態的試片，其長短軸比都幾乎約在 1.8~2.2，比小裂孔更像是橢圓，且其長軸與拉伸軸夾角都是在小角度的 $20^\circ \sim 10^\circ$ 之間，形貌上的變化都足以說明是塑性機構主導其生長。另外其平均裂孔生長速率 $dr/d\varepsilon$ 較大於超塑性擴散機構理論估計值，所以從以上推論，這些大型裂孔其成長機構也是由塑性機構所主導。

4.4.3.4 總結裂孔成長機構分析

對於各種不同變形條件，其在不同應變狀態下，其裂孔直徑小於 $2 \mu\text{m}$ 都一直佔據多數，約在 50~70% 不等，而主導這些小裂孔的生長機構推論是由擴散機構所主導。然而對於各個不同應變狀態下的最大前 20 個裂孔而言，在 300°C ，

以 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 變形，從應變開始到 1.2 左右，裂孔轉變成超塑性擴散機構主導其生長，但從應變 1.2 之後，裂孔的生長變為塑性機構所主導。在高溫 400°C ，以 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 變形，從應變初期到 0.7 左右，裂孔的成長是由超塑性擴散機構所主導，而之後則是由超塑性擴散機構緩慢轉變成塑性機構來主導其成長。對於高應變速率的 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 而言，這些大型裂孔則是塑性機構來主導其成長，詳細的結果整理在表 4-6。

上述的分析是把裂孔分為兩部分討論，但如果以整體來看，似乎只有高溫 400°C 的低應變速率是塑性主導裂孔生長，而其餘變形條件則是超塑性擴散機構主導裂孔成長，何以兩種不同角度分析方法會得到如此大差異呢？主要是這些小於 $2 \mu\text{m}$ 從應變初期到後期，一直都是多數，從平均值來看，一些少數的大型裂孔會因這些多數小裂孔將其平均往下拉，是故造成如圖 4-6 的情形，容易誤以為整個變形過程中，都是超塑性擴散機構主導裂孔成長。

4.5 影響裂孔化程度之因素探討

4.5.1 溫度之影響

在低應變速率 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 下，從圖 3-21 可以清楚看到，隨著應變增加， 300°C 在直徑小於 $2 \mu\text{m}$ 部分，其單位面積的裂孔增加速率遠高於 400°C ，這告訴我們 300°C 其成核速率遠高於 400°C ，致使這些小裂孔的增加速率高於 400°C ，其原因推論由於晶界滑移過程所需的擴散補償機制， 300°C 比 400°C 不易完成所導致。但對於大型裂孔的增加速率與成長而言， 400°C 隨著應變增加，其增加速率與成長大於 300°C ，從圖 3-22 可以清楚看到。所以在低應變速率下， 300°C 雖然其裂孔成核較 400°C 容易，但由於其應變初期，不論是大小型裂孔的成長是由超

塑性擴散與擴散機構所主導，而這種裂孔成長機構相當依賴物質的擴散能力，致使 400°C 的裂孔成長速率遠高於 300°C ，即使到了應變後期，裂孔成長已轉換為塑性機構，這種超塑性擴散仍是對裂孔成長有很大影響，尤其對 400°C 而言。所以溫度對此應變速率而言， 300°C 雖然擴散補償能力不如 400°C 佳，造成成核速率較 400°C 快；但較好擴散能力也促使 400°C 成核之後的裂孔，比 300°C 成長快速，因而造成 300°C 的裂孔是量多而小， 400°C 的裂孔是量少而大。從圖 3-25 的單位面積之裂孔數量變化，可以看出 300°C 的裂孔數量比 400°C 多，另外圖 3-30 的斷裂端試片， 300°C 的這些大型裂孔明顯地小於 400°C ，這些實驗結果都可得到證明。

在高應變速率 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 下，雖然其大型裂孔成長都是由塑性構構所主導，但高溫 400°C 的擴散能力遠較 300°C 好，使得依賴擴散或超塑性擴散成長影響的小型裂孔，其成長較 300°C 快速，而 400°C 因而多得了這些貢獻，在裂孔的體積分率就比 300°C 高了一點，這從圖 3-20(b)可以看到其裂孔成長速率相差無幾，但 400°C 的裂孔體積分率一直略高於 300°C 可得到證明。

4.5.2 應變速率的影響

對於以晶界滑移為變形機制的這些擠製後的鎂合金，由於應變速率越高其流應力較高，其臨界成核尺寸也較低應變速率小，使得其成核也較低應變速率容易，這在圖 3-25(a)與(b)可以清楚看到，低應變速率其單位面積的數量較高應變速率低。但對於以低應變速率的變形而言，其在應變初期都是由對擴成能力相當敏感的擴散與超塑性擴散機構所主導其裂孔生長而言，所以其裂孔都能得到足夠時間的擴散得以成長。但相對高應變速率而言，其大型裂孔都是由塑性機構所主導其生長，而由塑性機構成長的裂孔，其裂孔化程度也較低應變速率快，這從圖 3-20 相比較相同溫度但不同應變速率， 300°C 的低應變速率其裂孔化程度較高應

變速率低，另外 400°C 的低應變速率在應變 1 之前都低於高應變速率。

4.6 裂孔研究於工程上的應用

4.6.1 AZ31 錫合金應變至 1.1 時之裂孔發展情形

一般工程應用的超塑性材料，其成形方式，不論是早期之氣吹超塑成型(gas-blowing bulging)，或近來之熱壓成形(press forming)，壓鍛(press forging)或液壓成形(hydro forming)，大約是採用超塑性材料變形至 200% 之程度左右，亦即真實應變 $\varepsilon \sim 1.1$ 左右。對於 AZ31 錫合金在成形後的裂孔化程度，從以上各種拉伸測試下，應變到 1.1 時，其裂孔發展特性，整理在表 4-7。比較在 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 低應變速率下，對於低中溫的 200°C 與 300°C ，裂孔所佔體積分率約在 1%左右，而高溫 400°C 比低中溫變形，多產生 1%的裂孔，另外比較單位面積的裂孔數量，可以發現到 300°C 的數量約在 1800 mm^{-2} 左右，遠高於 400°C 的 1100 mm^{-2} 左右，會造成這樣的結果，詳細原因已在 4.5 節說明了，在此不多加以贅述。

比較在 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 高應變速率下，中溫 300°C 與高溫 400°C ，其所產生的裂孔體積分率與單位面積的裂孔數量，雖然都是 400°C 略高於 300°C ，但兩者相差無幾，造成此些微差異的原因，也已經在 4.5 節說明。從以上這些比較上來看，可知應變到 1.1 左右，在低中溫的 200°C 與 300°C ，其所產生的裂孔所佔體積低於高溫 400°C ，若是從減少材料在成形後，所產生裂孔的角度來看，低中溫的成形溫度是一個理想溫度，但有一缺點就是，裂孔數量會較 400°C 的成形溫度多。這也就是說低中溫的成形，所造成的裂孔會是小而多，而高溫成形將會是大而少。

4.6.2 錫合金與鋁合金之裂孔比較

4.6.2.1 鎂合金與鋁合金隨著應變變化之裂孔比較

以目前最常用的三種輕金屬，鎂、鋁還有鈦合金來說，任一種金屬在工程應用上都有其優缺點，但這三種金屬，其中以鎂與鋁合金在某些特性上相當接近，例如密度、熔點、以及成本等，使得在工程應用上常常被放在一起考量。所以接下來將針對 AZ31 鎂合金與 Bae 和 Ghosh[40,57]針對 Al-Mg-Mn-Cu alloy 的裂孔研究做一比較。從裂孔的數量比較，從圖 4-7 可以清楚地發現到，鋁合金的裂孔數量遠高於鎂合金，即使鋁合金在高於鎂合金的變形溫度。如果從影響裂孔產生的補償機制失敗與析出二次相因素來考量，對於本實驗 $3 \mu\text{m}$ 鎂合金的有效擴散能力，在 400°C 為 $7.11 \times 10^{-15} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ ，而鋁合金在晶粒 $8 \mu\text{m}$ 且 450°C 為 $9.51 \times 10^{-15} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ ，從擴散能力來考量，鋁合金在 450°C 以上的溫度，其擴散能力優於鎂合金在 400°C 以下，所以單從補償機制失敗未能解釋鋁合金的裂孔數量高於鎂合金。但對於 Al-Mg-Mn-Cu 合金其含有大量堅硬二次析出相，Bae 與 Ghosh 曾在論文[40]中提到，裂孔的生成位置都在母材相與二次相的介面上，顯見含有這些堅硬二次析出相加速裂孔產生；但本實驗的 AZ31 鎂合金是單一固溶相，所以，筆者推論造成圖 4-7 這樣的結果，起因鋁合金含有大量堅硬二次析出相。但如果考量鎂與鋁合金都是單一固溶相的合金，且在相同溫度與應變速率下，鋁原子的有效擴散能力低於鎂原子，如此恐會造成鋁合金較鎂合金容易在補償機制的發揮過程中失敗，因而在裂孔成核上較容易發生，也使得裂孔數量較鎂合金多。

對於鎂與鋁合金在不同變形條件下，隨著應變的變化，其裂孔尺寸分佈的變化情形，將 Bae 與 Ghosh[57]所提研究的鋁合金裂孔結果與 AZ31 做一比較，將之繪在圖 4-8。對於鎂合金在 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 高應變速率下，裂孔尺寸分佈變化隨著應變的變化，不如鋁合金的增加快速。在 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 低應變速率下，隨著應變的變化，裂孔在直徑 $10 \mu\text{m}$ 以下，如高應變速率一樣變動不如鋁合金劇烈，但在高

於 $10 \mu\text{m}$ 以上，隨著應變的增加，便開始產生數個較大型的裂孔；但反觀鋁合金隨著應變增加，對於 $10 \mu\text{m}$ 以上的裂孔，可以清楚發現，其變動比鎂合金在試片中快速增加。對於這樣結果，筆者堆論起因本實驗所使用的經過熱機處理之 AZ31 材料，在變形過程中，有著 50~70% 的裂孔成長都是由擴散或超速性擴散所主導，僅只有少數幾個裂孔由塑性機構主導成長所致，這也驗證本實驗所採用的熱機處理，除了有良好延展性，還有著良好塑性等向性，且裂孔的發展也不如鋁合金嚴重。

4.6.2.2 應變至 1.1 時之鎂合金與數種鋁合金比較

將數種鋁合金於不同變形條件下，應變至 1.1 時的裂孔發展情形，整理在表 4-8。比較可以發現，本實驗所經過熱機處理後的 AZ31 鎂合金，在中低溫，有著比鋁合金較少的裂孔體積分率，且裂孔成長速率也比鋁合金低，即使有著相近的 m 值。至於會造成這結果的原因，由於這些論文相關微結構資料並不足夠加以比較，但筆者推論，可能起因晶粒大小，動態再結晶發生以及有無堅硬二次析出相等因素有關。例如，同樣是鋁合金，Al-Mg-Mn-Cu 合金比表 4-8 所列兩種合金有著更高的裂孔體積分率，即使在較高溫度與較低應變速率下變形，只因此合金散佈堅硬二次析出相。所以，要比較鎂與鋁合金的裂孔發展比較，要考量起始的微結構相同，並在相同變形條件下做比較，如此才能準確做出鎂與鋁合金因其特性差異，對裂孔發展影響的研究，這也是將來值得做研究的一個課題。

4.7 未來努力方向

本實驗因中間一度因為儀器故障，導致實驗停頓許久，使得原本實驗所計畫中的 AZ91 的裂孔部分無法能如期完成實驗，以方便比較對於在鎂合金中，含

有堅硬二次析出相對裂孔化的影響。對於低溫 200°C ，可能裂孔太過細小，致使在光學顯微鏡下無法準確判別裂孔尺寸，以更進一步了解低溫超塑性的裂孔成長機構，這些都是有待未來努力。另外對於材料內如有強化奈米顆粒，如新近開發之奈米複材，其裂孔發展特性，也是有其值得探討之處。

第五章 結論

- (1) AZ31 經過半連續鑄造法出來的鑄錠，在 $280^{\circ}\text{C} \sim 330^{\circ}\text{C}$ 下，經過一次的高擠型比，晶粒可以有效地從起始 $70 \mu\text{m}$ 的晶粒細化到 $2 \sim 5 \mu\text{m}$ 的晶粒。
- (2) 由於擠製板材所需耗費的不均勻變形力與摩擦力高於棒材，使得在相同主推桿力量下，板材的擠製應變速率低於棒材，進而影響到板材的平均晶粒約大於棒材 $1 \mu\text{m}$ 左右。
- (3) 經過擠型後的 AZ31，在室溫下，其延展性可以達到 $30 \sim 50\%$ ，抗拉強度也能達到 $330 \sim 340 \text{ MPa}$ ，均比原始鑄錠的 9% 伸長量與 160 MPa 抗拉強度，明顯地提高機械性質。
- (4) 挤製後的材料在 300°C ，以 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 下，棒狀試片能得到最好伸長量 1000% ，具有良好高速超塑性，另外，在 200°C ，以 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 下，能得到最大伸長量 600% ，具有良好低溫超塑性。
- (5) 低的流應力與約 0.4 左右的應變速率敏感係數，兩者都暗示晶界滑移變形機構能在超塑性變形過程中順利進行。
- (6) 挤製後的材料，從低溫 200°C 到高溫 400°C 均能達到不錯塑性等向性，尤其隨著溫度越高，其變形無方向性的晶界滑移與擴散潛變之變形機構，其對整體應變的貢獻會越提高，使其異向性越低。另外在相同溫度下，隨著應變速率越高，受到變形具方向性的穿晶差排應變對整體應變的貢獻提高，其變形越呈現異向性。
- (7) 在中溫 300°C 到 400°C 的超塑性變形過程中，超塑性應變誘發晶粒成長與動態再結晶會產生一穩定的動態平衡，使其晶粒達到一個穩定大小，隨著溫度越低與應變速率越高，此一穩定的晶粒尺寸就越小。
- (8) 在相同溫度下， $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 高應變速率，由於較高流應力，使其成核較容易發

生，因而在單位面積的裂孔數量高於 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 低應變速率。在相同應變速率下，溫度越高，其在晶界滑移過程所需的擴散補償機制較能得以發揮，使其單位面積的裂孔數量低於較低溫度。

- (9) 在 300°C 到 400°C ，不論是 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 低應變速率或 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 高應變速率，佔據整體數量多數的小於 $2 \mu\text{m}$ 的小裂孔，主導其生長的機構為擴散機構。
- (10) 對於 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 低應變速率，在 300°C 下，對於最大前 20 個裂孔，主導其成長的機構由超塑性擴散機構轉換到塑性機構的臨界點，約在應變 1.2 左右，而 400°C 下，約在應變 0.7 左右。對於 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 高應變速率，不論是 300°C 或 400°C ，對於最大前 20 個裂孔，在整個應變過程中，主導其成長的機構都是由塑性機構所主導。
- (11) 不論是 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 低應變速率或 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 高應變速率， 400°C 的裂孔所佔體積分率都較 300°C 高，因為高溫 400°C 下，原子能得以快速擴散之故，加速了裂孔的生長。
- (12) 在 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 下，中溫 300°C 的裂孔化將會是量多而尺寸小，高溫 400°C 將會是量少而尺寸大。在 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 下，高溫 400°C 的裂孔所佔體積分率會稍比中溫 300°C 高 0.5%左右，裂孔尺寸會比 300°C 稍大一點。

參考文獻

1. 張吉本，鍛造，第十一卷第一期 (2002) , p. 6.
2. T. G. Nieh, J. Wadsworth and O. D. Sherby, Superplasticity in Metals and Ceramics, Cambridge University Press, Cambridge, United Kingdom, 1997.
3. 楊致富、林宏穎，工業材料，170 期 (2001) , p. 140.
4. R. Z. Vailev and O. A. Kaibyshev, Acta Metallurgica., 31 (1983), p. 2121
5. A. A. Luo, JOM, February (2002), p. 42.
6. E. Aghion and B. Bronfin, Materials Science Forum, Vols. 350-351 (2000), p.19.
7. 馬寧元，鍛造，第十卷第三期 (2001) , p. 28.
8. 葉峻轍，工業材料，186 期 (2002) , p. 82
9. 范元昌、蘇健忠、翁震灼與陳俊沐，工業材料，186 期 (2002) , p. 131.
10. A. Bussiba, A. Ben Artzy, A. Shtechman, S. Ifergan and M. Kupiec, Materials Science and Engineering A, 302A (2001), p. 56.
11. H. Watanabe, T. Mukai, K. Ishikawa, M. Mabuchi and K. Higashi, Materials Science and Engineering A, 307A (2001), p. 119.
12. W. J. Kim, S. W. Chung, C. S. Chung and D. Kum, Acta Materialia, 49 (2001), p. 3337.
13. T. Mohri, M. Mabuchi, M. Nakamura, T. Asahina, H. Iwasaki, T. Aizawa and K. Higashi, Materials Science and Engineering A, 290A (2000), p. 139.
14. 林鉉凱，“析出型 AZ91 低溫超塑性之研究”，國立中山大學材料科學與工程研究所碩士論文，2000。
15. H. K. Lin and J. C. Huang, Key Engineering Materials, 233-236A (2003), p. 875.
16. D. M. Lee, B. K. Suh, B. G. Kim, J. S. Lee and C. H. Lee, Materials Science and

- Technology, 13 (1997), p. 590.
17. M. Mabuchi, T. Asahina, H. Iwasaki and K. Higashi, Materials Science and Technology, 13 (1997), p. 825
 18. V. M. Segal, Materials Science and Engineering A, 197A (1995), p. 157.
 19. M. Mabuchi, H. Iwasaki, K. Yanase and K. Higashi, Scripta Materialia, 36 (1997), p. 681.
 20. M. Mabuchi, K. Ameyama, H. Iwasaki and K. Higashi, Acta Materialia, 47 (1999), p. 2047.
 21. T. Mukai, T. G. Nieh, H. Iwasaki and K. Higashi, Materials Science and Technology, 14 (1998), p. 32.
 22. 張榮桂，「利用往復式擠型法製作超塑性 AZ91 錫合金之研究」，國立清華大學材料科學研究所碩士論文，2000。
 23. H. Watanabe, T. Mukai, M. Mabuchi and K. Higashi, Acta Materialia, 49 (2001), p. 2027.
 24. J. K. Solberg, J. Torkelp, O. Bauger and H. Gjestland, Materials Science and Engineering A, 134A (1991), p. 1201..
 25. A. H. Chokshi and A. K. Mukherjee, Superplasticity in Aerospace (ed. by H. C. Heikkenen and T. R. McNelley), TMS1988, p 167.
 26. J. Pilling and N. Ridley, Superplasticity in Aerospace (ed by H. C. Heikkenen and T. R. McNelley), A Publication of The Metallurgical Society, Pennsylvania, USA, 1988, p. 183.
 27. J. Neill Greenwood, D. R. Miller and J. W. Suiter, Acta Metallurgica, 2 (1954), p. 250.
 28. R. Raj and M. F. Ashby, Acta Metallurgica, 23 (1975), p. 653.
 29. M. J. Stowell, Metal Science, 17 (1983), p. 1.
 30. A. H. Chokshi and T. G. Langdon, Acta Metallurgica, 35 (1987), p. 1089.

31. A. Needleman and J. R. Rice, *Acta Metallurgica*, 28 (1980), p. 1315.
32. J. W. Hancock, *Metal Science*, 10 (1976), p. 319.
33. D. A. Miller and T. G. Langdon, *Metallurgical Transactions A*, 10 (1979), p. 1979
34. M. J. Stewell, D. W. Livesey and N. Ridley, *Acta Metallurgica*, 32 (1984), p. 35.
35. G. H. Edward and M. F. Ashby, *Acta Metallurgica*, 27 (1979), p. 1505.
36. A. H. Chokshi and T. G. Langdon, *Acta Metallurgica*, 35 (1987), p. 1089.
37. W. Beere and M. V. Speight, *Metal Science*, 12 (1978), p. 172.
38. A. H. Chokshi, *Journal of Materials Science*, 21 (1986), p. 2073.
39. J. Pilling, *Materials Science and Technology*, 1 (1985), p. 461.
40. D. H. Bae and A. K. Ghosh, *Acta Materialia*, 50 (2002), p. 511.
41. A. K. Ghosh, D. H. Bae and S. L. Semiatin, *Materials Science Forum*, 340-306 (1999), p. 609.
42. C. M. Lombard, A. K. Ghosh and S. L. Semiatin, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 32A (2001), p. 2769.
43. S. Kobayashi, T. Yoshimura, S. Tsurekawa and T. Watanabe, *Materials Science Forum*, 304-306 (1999), p. 591.
44. T. Hirata and K. Higashi, *Scripta Materialia*, 47 (2002), p. 1.
45. H. Iwasaki, M. Mabuchi and K. Higashi, *Acta Materialia*, 45 (1997), p. 2759.
46. H. Iwasaki, M. Mabuchi and K. Higashi, *Acta Materialia*, 49 (2001), p. 2269.
47. J. Pilling and N. Ridley, *Acta Metallurgica*, 34 (1986), p. 669.
48. C. C. Bampton, M. W. Mahoney, C. H. Hamilton, A. K. Ghosh and R. Raj, *Metallurgical Transactions A*, 14 (1983), p. 1583.
49. E. E. Underwood, *Quantitative Stereology*, Addison-Wesley publishing company, Menlo Park, California, USA, 1970.
50. 普翰屏，“8090 鋁鋰合金低溫與高溫超塑板材之製程開發與形變機構分

析”，國立中山大學材料科學與工程研究所博士論文，1995。

51. Serope Kalpakjian, in Manufacturing Processes for Engineering Materials (Third Edition), Addison-Wesley publishing company, Menlo Park, California, USA, 1997.
52. Y. N. Wang, C. J. Lee, C. C. Huang, H. K. Lin, T. T. Huang, and J. C. Huang, Materials Science Forum, Vols. 426-432 (2003), p. 2655.
53. H. K. Lin and J. C. Huang, Materials Transactions JIM, 43 (2002), p. 2424.
54. 林鉉凱，“Material Development and Property Analysis of High Strain Rate and Low Temperature Superplasticity in AZ31 Mg Alloys”，國立中山大學材料科學與工程研究所博士論文計畫書，2002。
55. D. S. Wilkinson and C. H. Carter, Acta Metallurgica, 32 (1984), p. 1335.
56. F. J. Humphreys and M. Hatherly, Recrystallization and Related Annealing Phenomena, Elsevier Science Ltd, Oxford, United Kingdom , 1995.
57. D. H. Bae and A. K. Ghosh, Acta Materialia, 50 (2002), p. 993.

表 1-1 各種不同材料的機械性質的比較[4]

Material	Cast Mg	Wrought Mg	Steel	Cast Al	Wrought Al	Ti	Plastics (PC/ABS)
Alloy/ Grade	AZ91	AZ31 -H24	Galva- nized	A356-T6	6061-T6	Ti-3Al	Dow Pulse 2000
Process/ Product	Die cast	Sheet	Sheet	Die cast	Extrusion		Injection molding
Density (g/cm ³)	1.81	1.77	7.80	2.76	2.70	4.2	1.13
Elastic Modulus (GPa)	45	45	210	72	70	140	2.3
Yield Strength (MPa)	160	220	200	186	275	925	53
Ultimate Tensile Strength (MPa)	240	290	320	262	310	1000	55
Elongation (%)	3	15	40	5	12	16	5 at yield and 125 at break
Melting Temp. (°C)	598	630	1515	615	652	1600	143 (softening temp.)

表 1-2 Ti-45.5Al-2Cr-2Nb 合金在不同熱處理下的晶粒的大小[42]

Condition	γ		α		Lamellar Colony (μm)
	Shape	Size (μm)	Shape	Size (μm)	
As-rolled	equiaxed	3 to 5	equiaxed	3 to 5	<500
1177 /4h	equiaxed	10 to 12	plate	6 to 8*	12 to 15
1238 /2h	equiaxed	10 to 12	equiaxed	10 to 12	

*Long axis measuerment

表 2-1 AZ31 鎂合金的化學成分組成(wt %)

	Mg	Al	Zn	Mn	Si	Fe	Cu	Ni	Be
AZ31B	Bal.	3.02	1.01	0.3	0.0067	0.0028	0.0031	0.0001	--

表 2-2 AZ91 鎂合金的化學成分組成(wt %)

	Mg	Al	Zn	Mn	Si	Fe	Cu	Ni	Be
AZ91D	Bal.	9.07	0.62	0.331	0.0172	0.0026	0.0006	0.0004	0.0002

表 2-3 AZ31 與 AZ91 試片經過不同擠型比及總應變量

材料	試片名稱	加工條件	面積縮減率	真實應變量
AZ31	Ingots	原母材	--	--
AZ91	Ingots	原母材	--	--
AZ31	31-E1*	在 300°C 下，將直徑 65 mm 的坯料經過 100:1 挤型比，擠製成棒材。	99%	4.61
AZ31	31-E2*	在 300°C 下，將直徑 65 mm 的坯料經過 100:1 挤型比，擠製成板材。	99%	4.61
AZ91	91-E2	在 300°C 下，將直徑 65 mm 的坯料經過 100:1 挤型比，擠製成板材。	99%	4.61

*空格內表示以 AZ31 為重點，以下如不特別註明，E1 試片即表 31-E1，E2 試片即表 31-E2，所以 AZ91 板材試片會特別註明是 91-E2

表 3-1 AZ31 原始母材與擠製後材料的機械性質差異

	原始母材	E1(棒材)	E2(板材)
降伏強度, MPa	100	309	268
極限抗拉強度, MPa	160	338	329
伸長量, %	9	38	43

表 3-2 AZ31 經過 100 : 1 擠型比後在不同溫度與應變速率下的伸長量

E1					
T(°C)\ $\dot{\epsilon}$ (s ⁻¹)	4x10 ⁻⁴	6x10 ⁻⁴	1x10 ⁻³	1x10 ⁻²	1x10 ⁻¹
200	445%	596%	352%	191%	105%
250	--	--	515%	405%	183%
300	1093%	--	711%	1020%	332%
350	--	--	458%	324%	181%
400	--	--	986%	332%	230%
450	--	--	483%	492%	312%
E2					
T(°C)\ $\dot{\epsilon}$ (s ⁻¹)	4x10 ⁻⁴	6x10 ⁻⁴	1x10 ⁻³	1x10 ⁻²	1x10 ⁻¹
200	--	300%*	248%	179%	117%
250	--	--	296%	250%	131%
300	--	657%*	738%	481%	259%
350	--	--	713%	224%	171%
400	--	598%*	572%	291%	165%
450	--	--	558%	220%	140%

有*標記，是表示該試片在新的溫度控制器下實驗，詳細情形見附錄

表 3-3 AZ31 合金之 E2 試片以不同溫度與應變速率下，變形至不同應變的試片編號與所對應的真實應變

200°C, 6×10^{-4} s ⁻¹					
伸長量	9%	34%	104%	205%	300%
真實應變	0.08	0.29	0.71	1.12	1.39
試片編號	20-4-1	20-4-2	20-4-3	20-4-4	20-4-5
300°C, 6×10^{-4} s ⁻¹					
伸長量	27%	102%	261%	503%	657%
真實應變	0.24	0.71	1.28	1.80	2.03
試片編號	30-4-1	30-4-2	30-4-3	30-4-4	30-4-5
300°C, 1×10^{-2} s ⁻¹					
伸長量	49%	86%	156%	295%	510%
真實應變	0.40	0.62	0.94	1.37	1.81
試片編號	30-2-1	30-2-2	30-2-3	30-2-4	30-2-5
400°C, 6×10^{-4} s ⁻¹					
伸長量	47%	111%	186%	424%	598%
真實應變	0.38	0.75	1.05	1.65	1.94
試片編號	40-4-1	40-4-2	40-4-3	40-4-4	40-4-5
400°C, 1×10^{-2} s ⁻¹					
伸長量	18%	36%	116%	197%	266%
真實應變	0.17	0.31	0.77	1.09	1.3
試片編號	40-2-1	40-2-2	40-2-3	40-2-4	40-2-5

表 3-4 AZ31 合金之 E1 與 E2 試片之跳躍應變速率測試結果

E1 試片		
溫度($^{\circ}\text{C}$)	0.0006~0.001 s^{-1} 之 m 值	--
200	0.36	--
300	0.45	--
E2 試片		
溫度($^{\circ}\text{C}$)	0.0005~0.0008 s^{-1} 之 m 值	0.009~0.02 s^{-1} 之 m 值
200	0.31	--
300	0.46	0.37
400	0.55	0.40

表 3-5 AZ31 合金之 E2 試片在不同變形條件下，應變至不同狀態之大小裂孔分佈比例

300°C, 6x10 ⁻⁴ s ⁻¹		
Strain	Cavity diameter < 2 μm	Cavity diameter > 2 μm
0.24	58.8%	41.2%
0.71	63.1%	36.9%
1.28	66.4%	33.6%
1.80	64.2%	35.8%
2.03	54.3%	45.7%
300°C, 1x10 ⁻² s ⁻¹		
Strain	Cavity diameter < 2 μm	Cavity diameter > 2 μm
0.40	57.1%	42.9%
0.62	61.1%	38.9%
0.94	58.3%	41.7%
1.37	67.7%	32.3%
1.81	53.2%	46.8%
400°C, 6x10 ⁻⁴ s ⁻¹		
Strain	Cavity diameter < 2 μm	Cavity diameter > 2 μm
0.38	59.6%	40.4%
0.75	64.2%	35.8%
1.05	69.6%	30.7%
1.65	58.4%	41.6%
1.94	37.9%	62.1%
400°C, 1x10 ⁻² s ⁻¹		
Strain	Cavity diameter < 2 μm	Cavity diameter > 2 μm
0.17	59.4%	40.6%
0.31	57.0%	43.0%
0.77	62.3%	37.7%
1.09	62.8%	37.2%
1.30	53.7%	46.3%

表 4-1 擴散機構成長式中之各項參數數值

Temperature and strain rate	$dD_{gb}(\text{m}^3 \text{s}^{-1})$	Maximum flow stress(MPa)
200°C, $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	3.46×10^{-22}	85
300°C, $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	2.05×10^{-20}	25
300°C, $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$	2.05×10^{-20}	55
400°C, $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	3.62×10^{-19}	15
400°C, $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$	3.62×10^{-19}	35

其中，鎂原子的體積為 $1.72 \times 10^{-29} \text{ m}^3$ ，K 為 $1.381 \times 10^{-23} \text{ J.K}^{-1}$ 。

表 4-2 擴散機構以(49)式之理論預測值

Temperature and strain rate	$C_m = C_o + m \epsilon$
200°C, $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	$0.4 + 3.2 \times 10^{-19} \epsilon$
300°C, $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	$0.4 + 4.7 \times 10^{-18} \epsilon$
300°C, $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$	$0.4 + 6.0 \times 10^{-19} \epsilon$
400°C, $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	$0.4 + 4.2 \times 10^{-17} \epsilon$
400°C, $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$	$0.4 + 4.2 \times 10^{-18} \epsilon$

其中 m 為斜率。

表 4-3 塑性機構由(12)式理論預測之成長參數與實驗值比較

Temperature	Strain rate	m value	η_{theo}	η_{exp}
200°C	$6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	0.31	3.22	0.76
	$1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$	--	--	--
300°C	$6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	0.46	2.05	0.41
	$1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$	0.37	2.64	0.83
400°C	$6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	0.55	1.64	2.7
	$1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$	0.40	2.41	0.72

表 4-4 超塑性擴散成長機構以(23)式之理論估算與實驗值比較

Temperature	Strain rate, s^{-1}	Grain size, μm	$dr/d\varepsilon_{\text{theo}}, \mu\text{m}$	$dr/d\varepsilon_{\text{exp}}, \mu\text{m}$
300°C	6×10^{-4}	3	9.28	0.14
		6	2.32	
		9	1.03	
	1×10^{-2}	3	1.20	0.54
		5	0.43	
400°C	6×10^{-4}	9	9.30	0.24
		12	5.23	
		15	3.35	
		18	2.33	
	1×10^{-2}	7	2.17	0.31
		10	1.06	

表 4-5 大小裂孔之平均長短軸比，夾角與直徑

$300^{\circ}\text{C}, 6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$						
	< 2 μm			Maximum 20 cavities		
Strain	Aspect ratio	Angle, $^{\circ}$	Average diameter	Aspect ratio	Angle, $^{\circ}$	Average diameter
0.24	1.4	45	1.2 μm	1.7	39	8.6 μm
0.71	1.3	43	1.1 μm	1.6	29	8.7 μm
1.28	1.4	49	1.0 μm	1.4	22	10.8 μm
1.80	1.4	46	1.0 μm	2.0	20	13.0 μm
2.03	1.4	46	1.1 μm	2.5	16	14.8 μm
$400^{\circ}\text{C}, 6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$						
	< 2 μm			Maximum 20 cavities		
Strain	Aspect ratio	Angle, $^{\circ}$	Average diameter	Aspect ratio	Angle, $^{\circ}$	Average diameter
0.38	1.4	38	1.2 μm	1.9	16	6.8 μm
0.75	1.3	49	1.3 μm	1.6	35	10.7 μm
1.05	1.5	44	1.2 μm	1.9	32	17.0 μm
1.65	1.5	58	1.2 μm	1.9	26	51.6 μm
1.94	1.3	54	1.5 μm	2.4	17	97.8 μm
$300^{\circ}\text{C}, 1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$						
	< 2 μm			Maximum 20 cavities		
Strain	Aspect ratio	Angle, $^{\circ}$	Average diameter	Aspect ratio	Angle, $^{\circ}$	Average diameter
0.40	1.6	42	1.1 μm	1.9	19	6.8 μm
0.62	1.5	46	1.1 μm	1.5	37	10.0 μm
0.94	1.4	47	1.1 μm	1.8	15	12.5 μm
1.37	1.5	48	1.1 μm	2.0	17	10.5 μm
1.81	1.4	43	1.1 μm	2.2	14	9.2 μm
$300^{\circ}\text{C}, 1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$						
	< 2 μm			Maximum 20 cavities		
Strain	Aspect ratio	Angle, $^{\circ}$	Average diameter	Aspect ratio	Angle, $^{\circ}$	Average diameter
0.17	1.3	43	1.1 μm	2.1	22	9.0 μm
0.31	1.3	38	1.2 μm	1.8	12	8.8 μm
0.77	1.4	35	1.1 μm	1.8	19	11.8 μm
1.09	1.5	39	1.1 μm	2.1	19	19.4 μm
1.30	1.4	36	1.2 μm	2.2	15	19.5 μm

表 4-6 大小裂孔在不同變形條件下之成長機構分析結果

Temperature and Strain rate	Strain	< 2 μm	Maximum 20 cavities
300°C , $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	0~1.28	擴散機構成長	超塑性擴散機構成長
	1.28~斷裂	擴散機構成長	塑性機構成長
400°C , $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	0~0.75	擴散機構成長	超塑性擴散機構成長
	0.75~斷裂	擴散機構成長	塑性機構成長
300°C , $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$	0~斷裂	擴散機構成長	塑性機構成長
400°C , $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$	0~斷裂	擴散機構成長	塑性機構成長

表 4-7 AZ31 鎂合金應變至 1.1 時之裂孔發展情形

Temperature	Strain rate	m value	Volume fraction , V_f	Growth rate parameter (η_{App})	Total number of cavities, mm^{-2}
200°C	$6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	0.31	1%	0.76	--
	--	--	--	--	--
300°C	$6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	0.46	1%	0.41	1850
	$1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$	0.37	1.5%	0.83	2000
400°C	$6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	0.55	2%	2.7	1140
	$1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$	0.40	1.7%	0.72	1980

表 4-8 數種鋁合金應變至 1.1 時之裂孔發展情形

Al-4.7%Mg-0.8%Mn-0.4%Cu, weight percent[57]				
Temperature	Strain rate	m value	Volume fraction , V _f	Growth rate parameter (η_{App})
450°C	1x10 ⁻² s ⁻¹	0.28	Fracture	6.0
	1x10 ⁻³ s ⁻¹	0.40	Fracture	4.2
	1x10 ⁻⁴ s ⁻¹	0.33	5%	4.7
500°C	1x10 ⁻² s ⁻¹	0.35	Fracture	5.6
	1x10 ⁻³ s ⁻¹	0.42	--	4.7
	1x10 ⁻⁴ s ⁻¹	0.48	8%	4.8
550°C	1x10 ⁻² s ⁻¹	0.43	Fracture	5.5
	1x10 ⁻³ s ⁻¹	0.50	9%	4.6
	1x10 ⁻⁴ s ⁻¹	0.48	1%	4.2
Al-6%Cu-0.4%Zr-0.3%Mg-0.2%Si-0.1%Ge,[47]				
Temperature	Strain rate	m value	Volume fraction , V _f	Growth rate parameter (η_{App})
460°C	1.17x10 ⁻³ s ⁻¹	0.55	0.7%	2.7
Al-2.5%Li-1.2%Cu-0.6%Mg-0.12%Zr,[47]				
Temperature	Strain rate	m value	Volume fraction , V _f	Growth rate parameter (η_{App})
520°C	1.17x10 ⁻³ s ⁻¹	0.48	2%	3.6

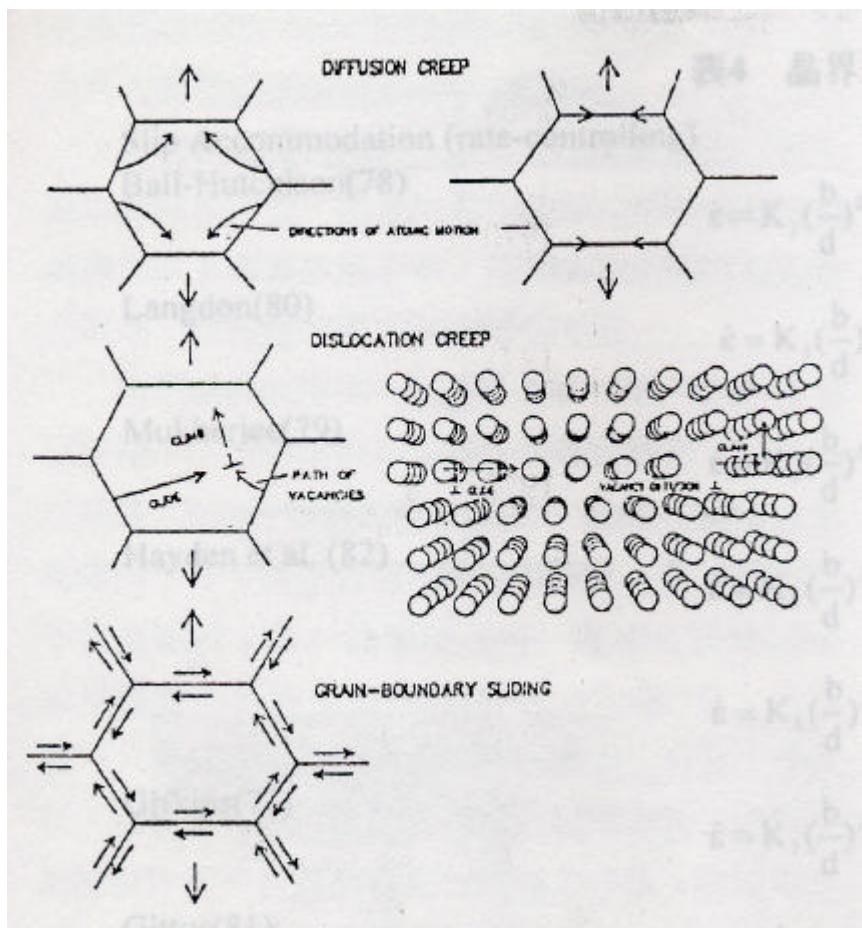


圖 1-1 擴散潛變、差排潛變、晶界滑移之變形機構[1]

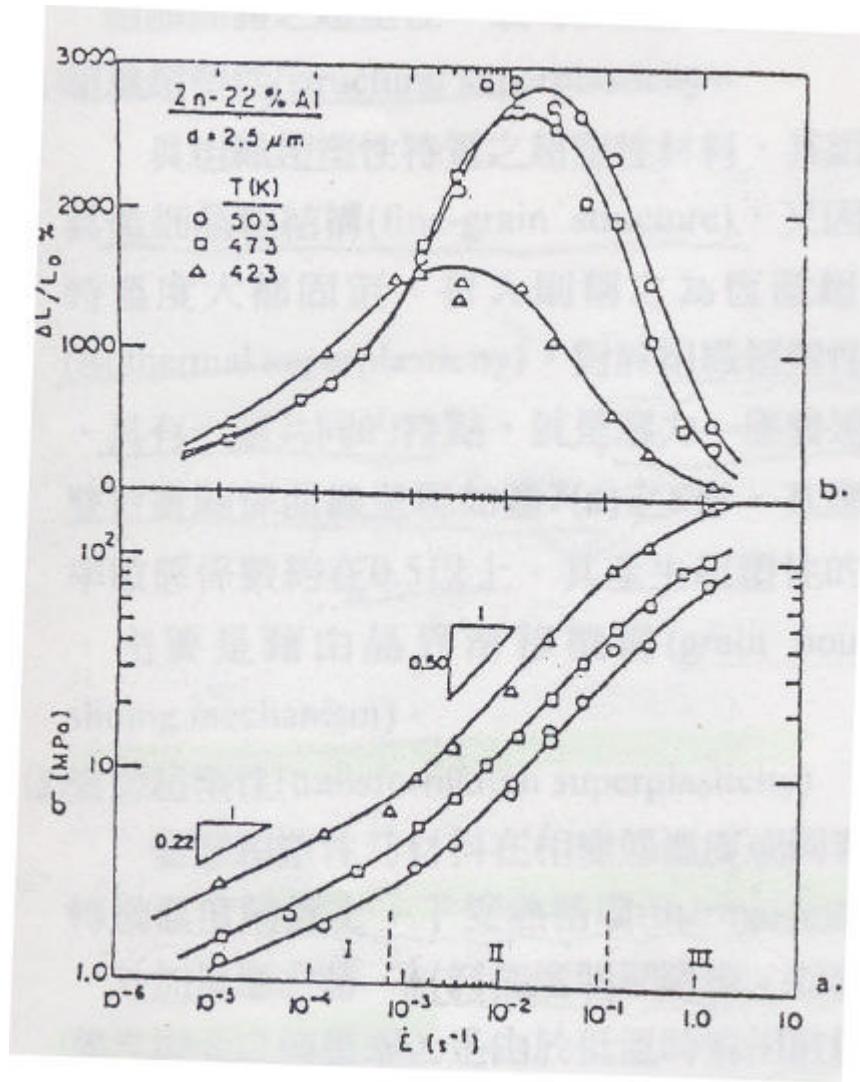


圖 1-2 (a)超塑性材料之流應變力與應變速率的關係與
 (b)超塑性材料之流應變力與應變速率關係[1]

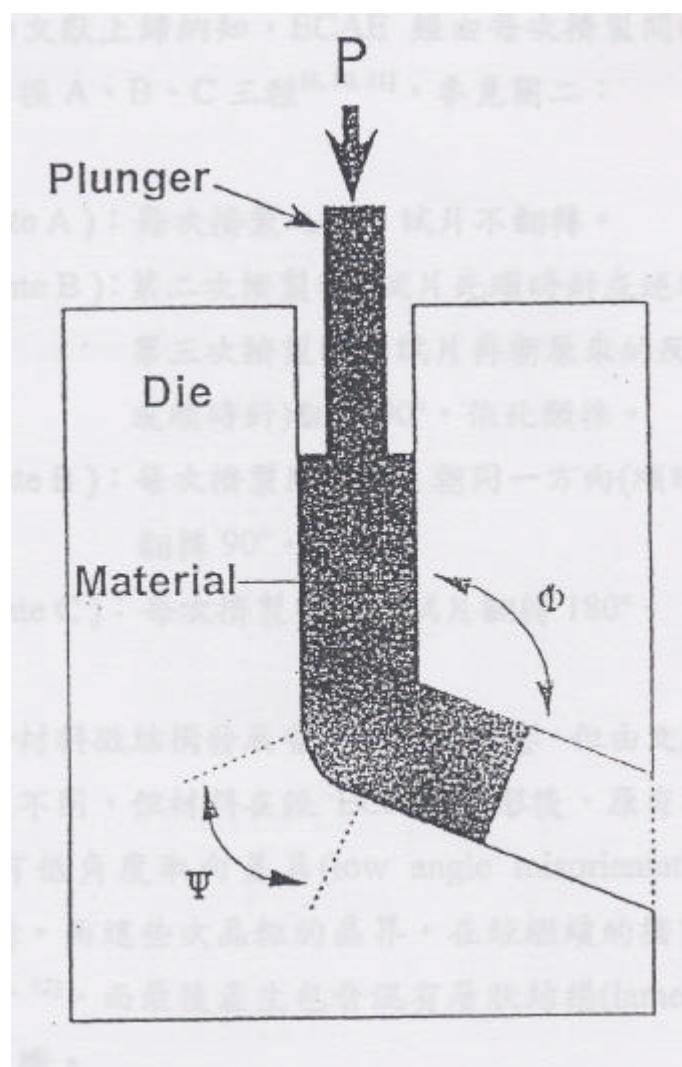


圖 1-3 等徑轉角擠型模具之示意圖[18]

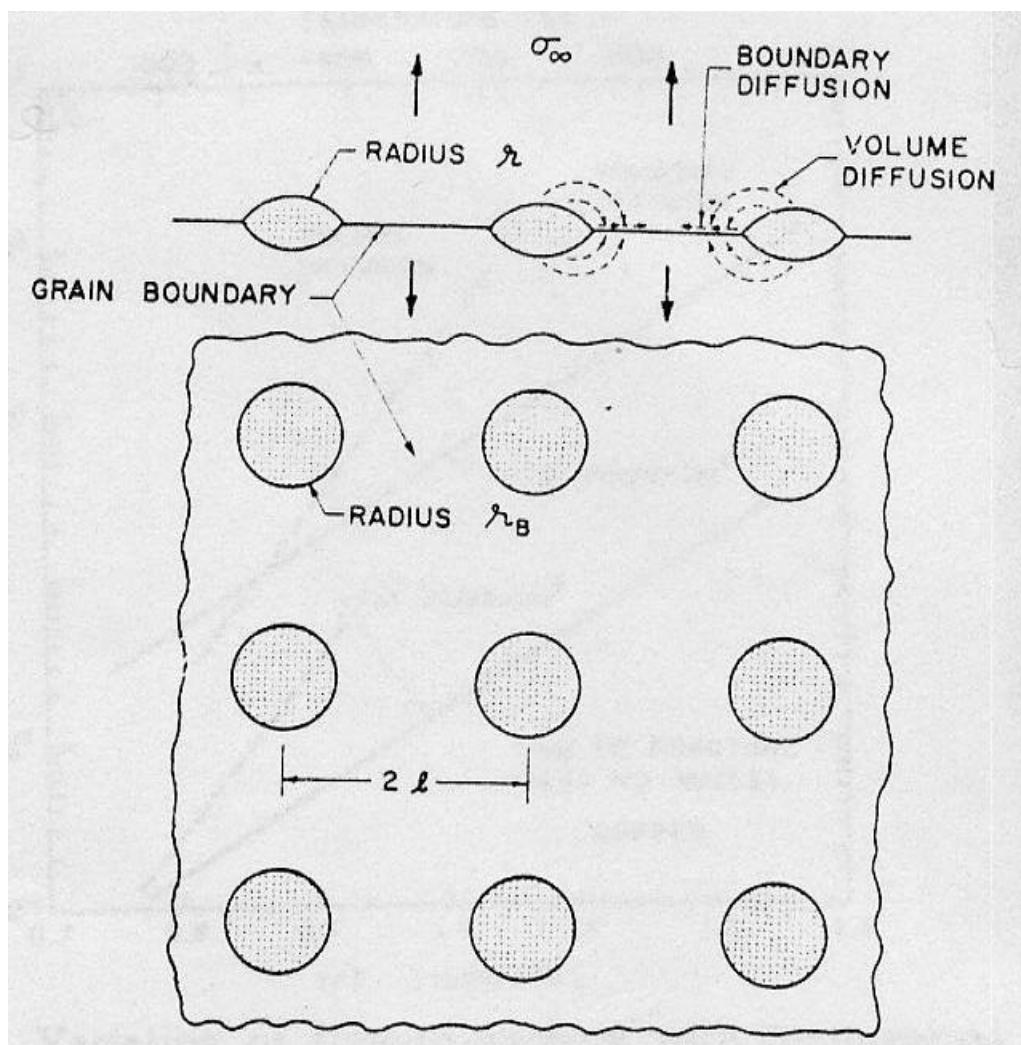


圖 1-4 裂孔的擴散成長示意圖[28]

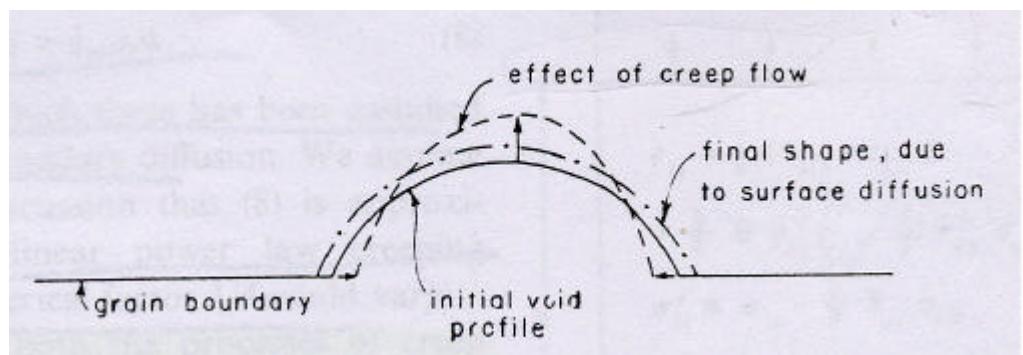


圖 1-5 裂孔的塑性成長示意圖[31]

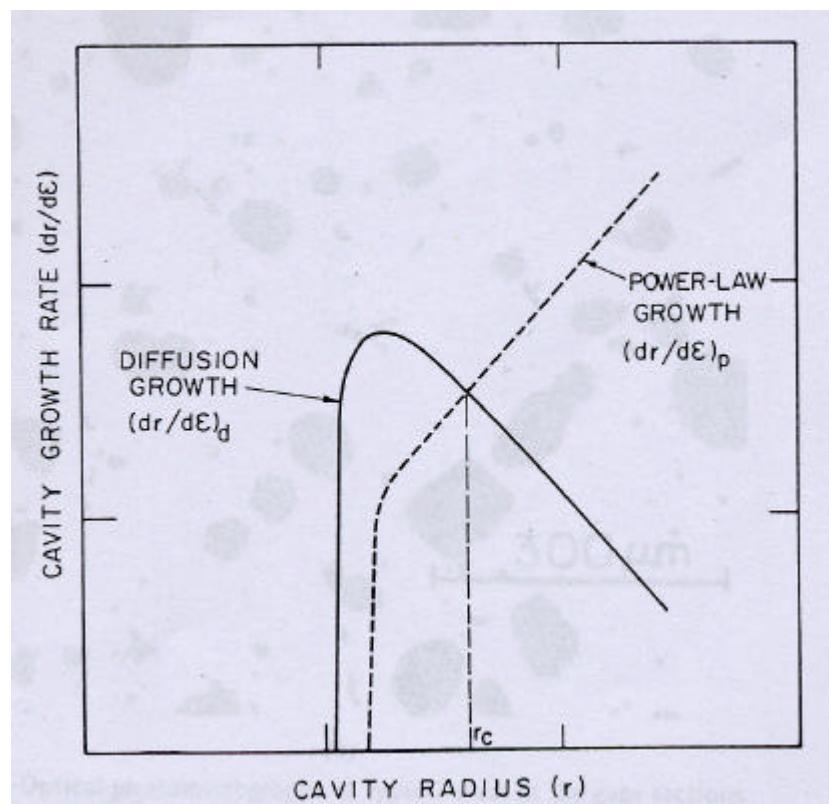


圖 1-6 擴散與塑性成長的比較[33]

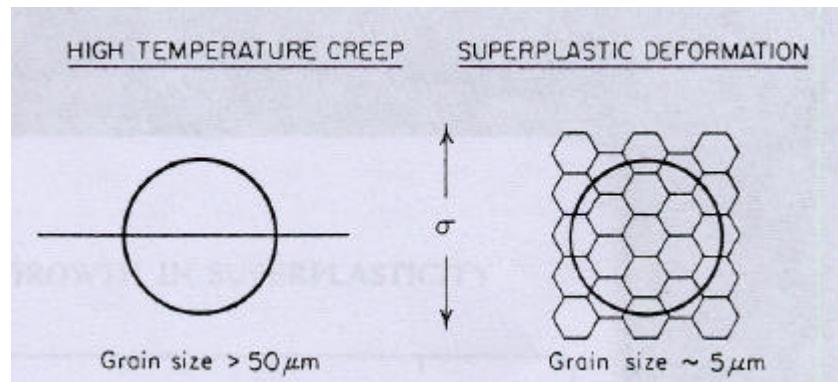


圖 1-7 裂孔在晶粒 $> 50 \mu\text{m}$ 的高溫潛變與晶界相交情形(左邊)
與在晶粒約 $5 \mu\text{m}$ 的超塑性變形與晶界相交情形(右邊)[36]

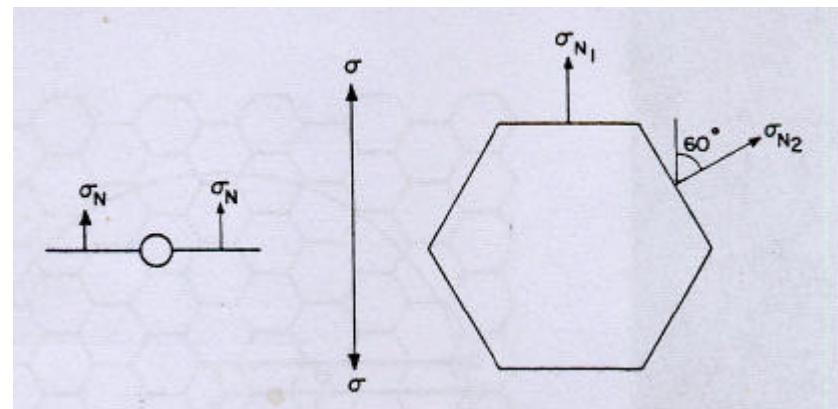


圖 1-8 應力在高溫潛變的晶界上的變化(左圖)與
應力在細晶超塑性材料上的晶界變化(右圖)[36]

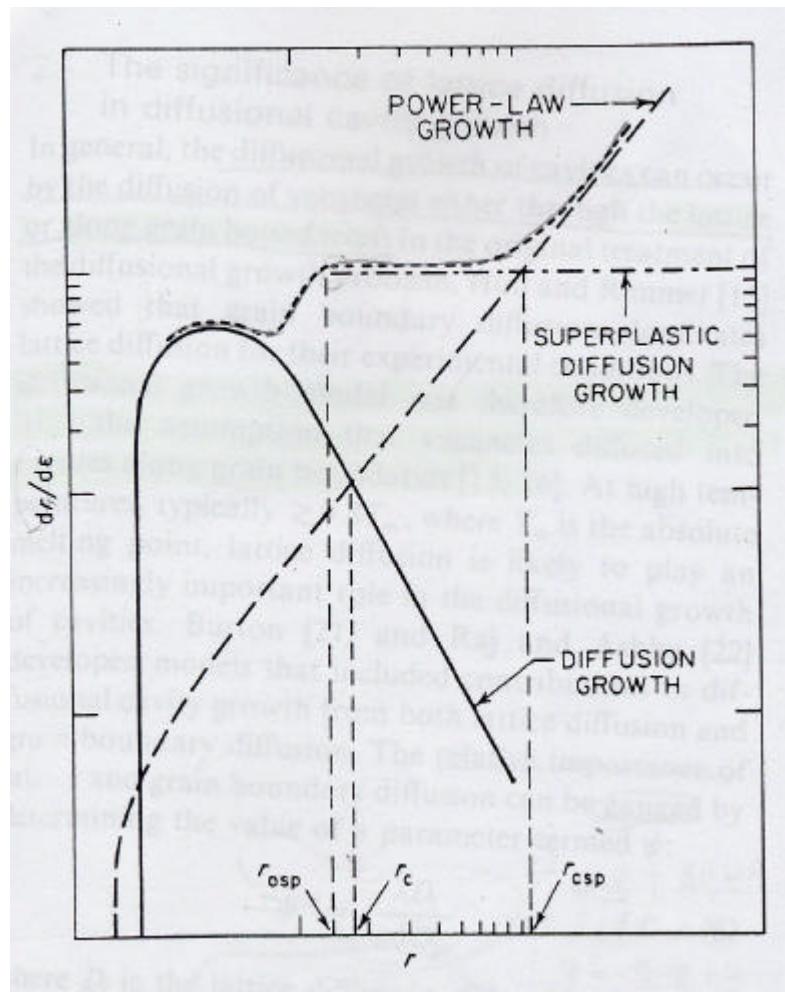


圖 1-9 裂孔成長機構的發展[38]

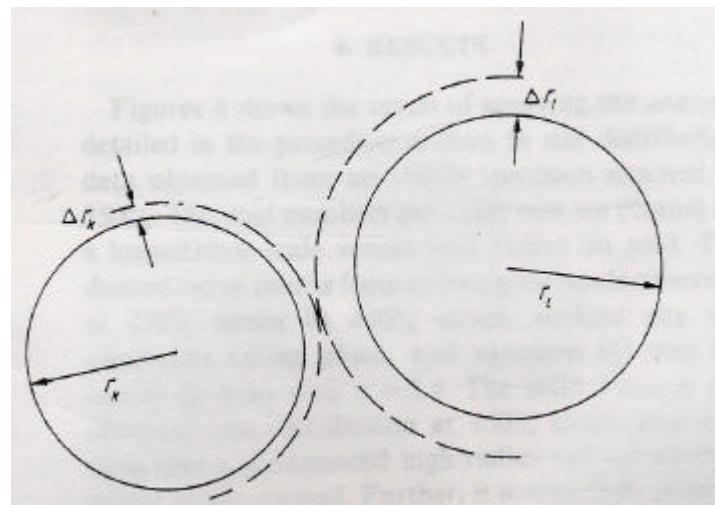


圖 1-10 裂孔聯合示意圖[34]

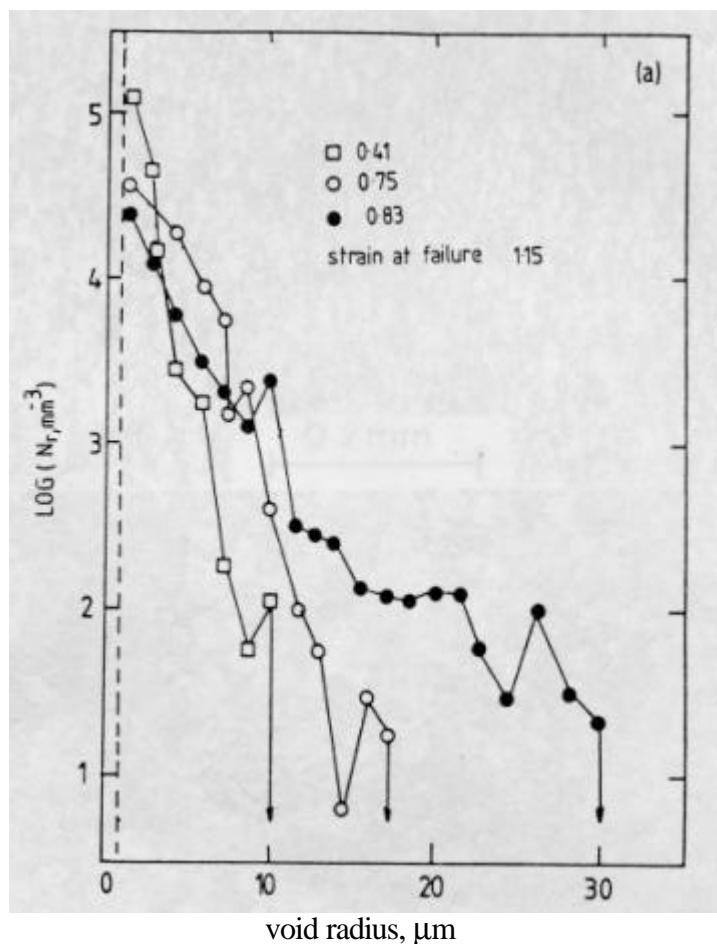


圖 1-11 Al 7475 在 515°C 以 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 應變速率的裂孔大小分佈情形[39]

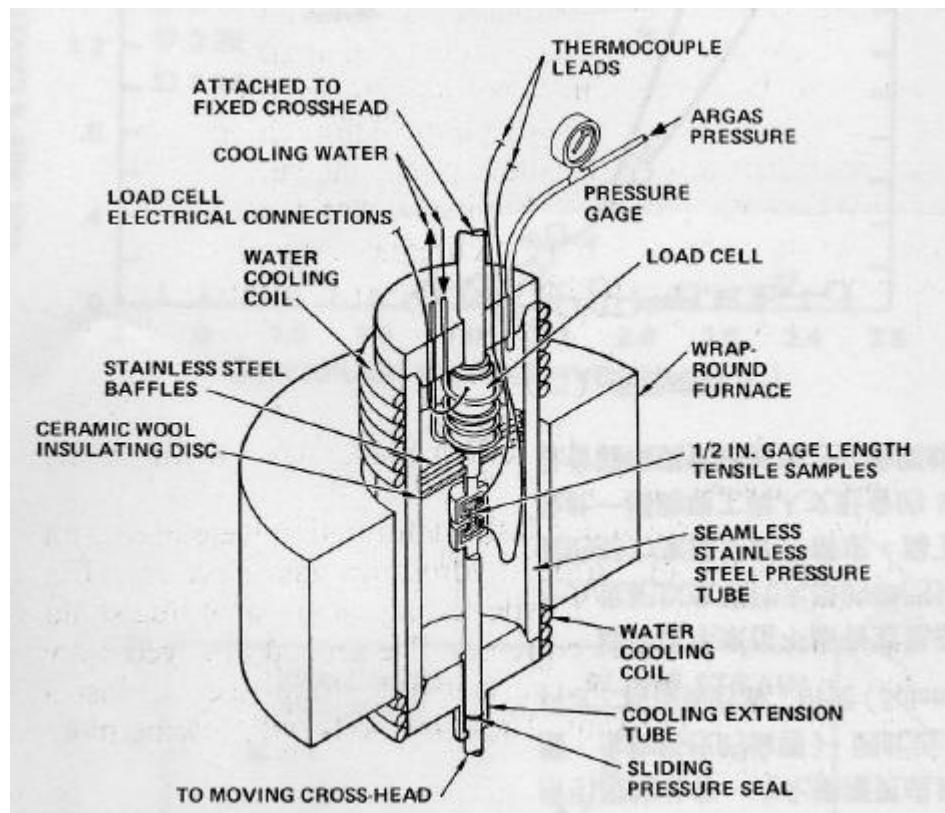


圖 1-12 靜液壓拉伸裝置圖[48]

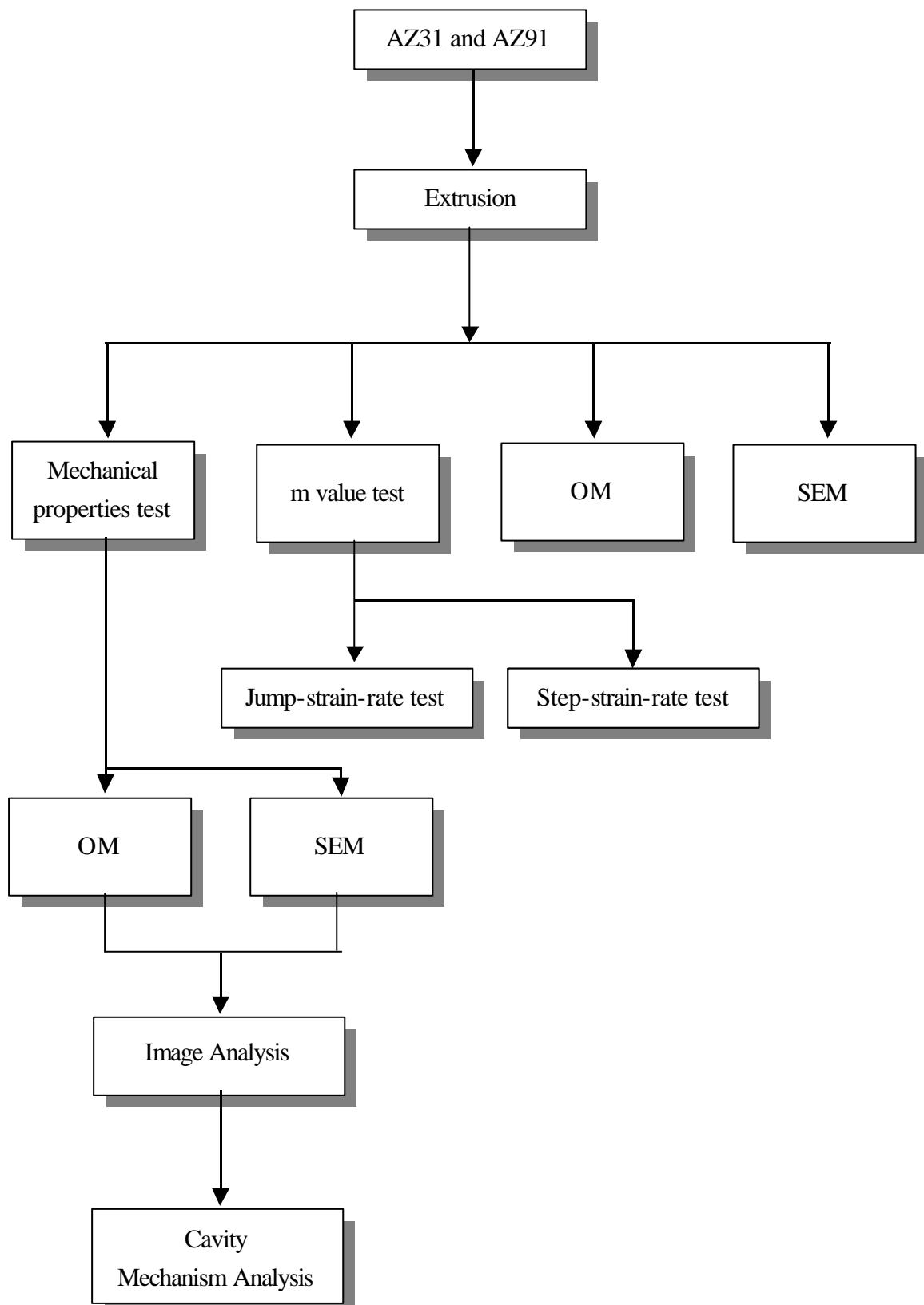


圖 2-1 實驗流程圖

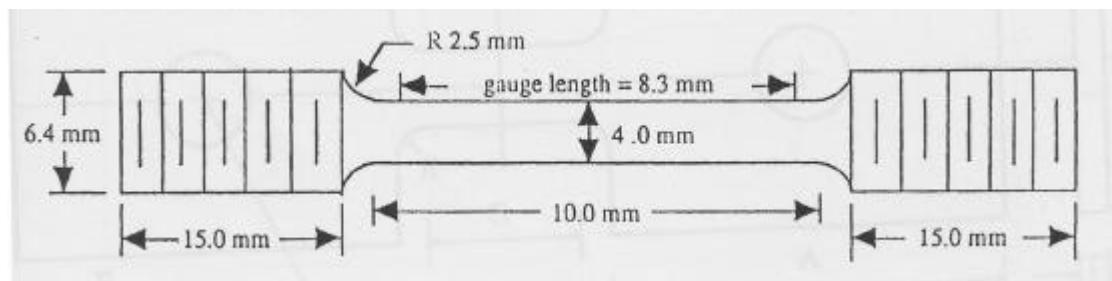


圖 2-2 棒材的拉伸試片規格

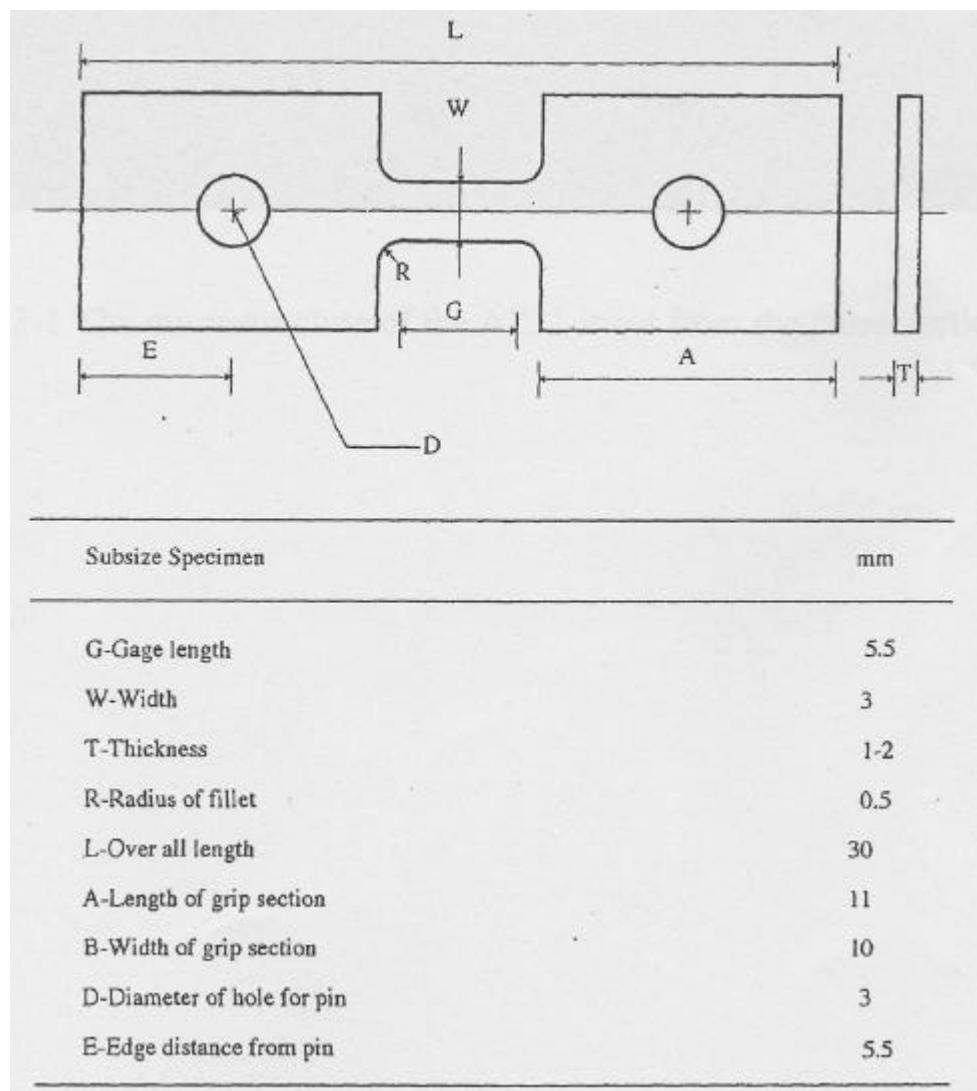
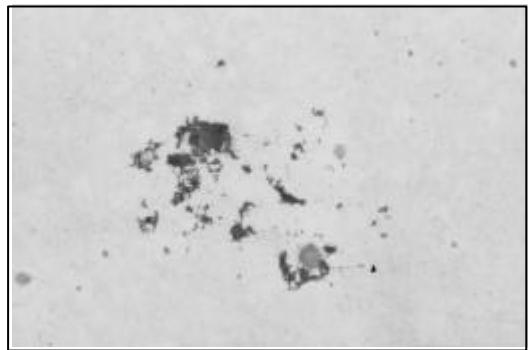
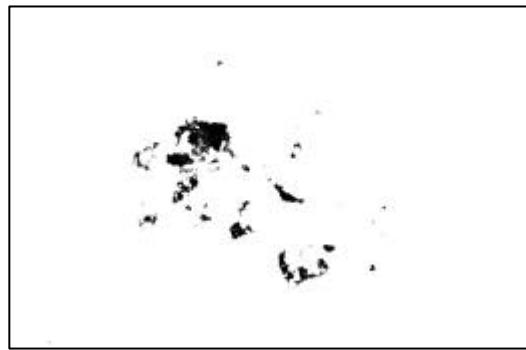


圖 2-3 板材的拉伸試片規格



(a)



(b)



(c)



(d)

2-4 (a)AZ91 合金的裂孔化情形 , (b)灰階為 120 的情形 , (c)灰階為 130 的情形 ,
(d)灰階為 140 的情形

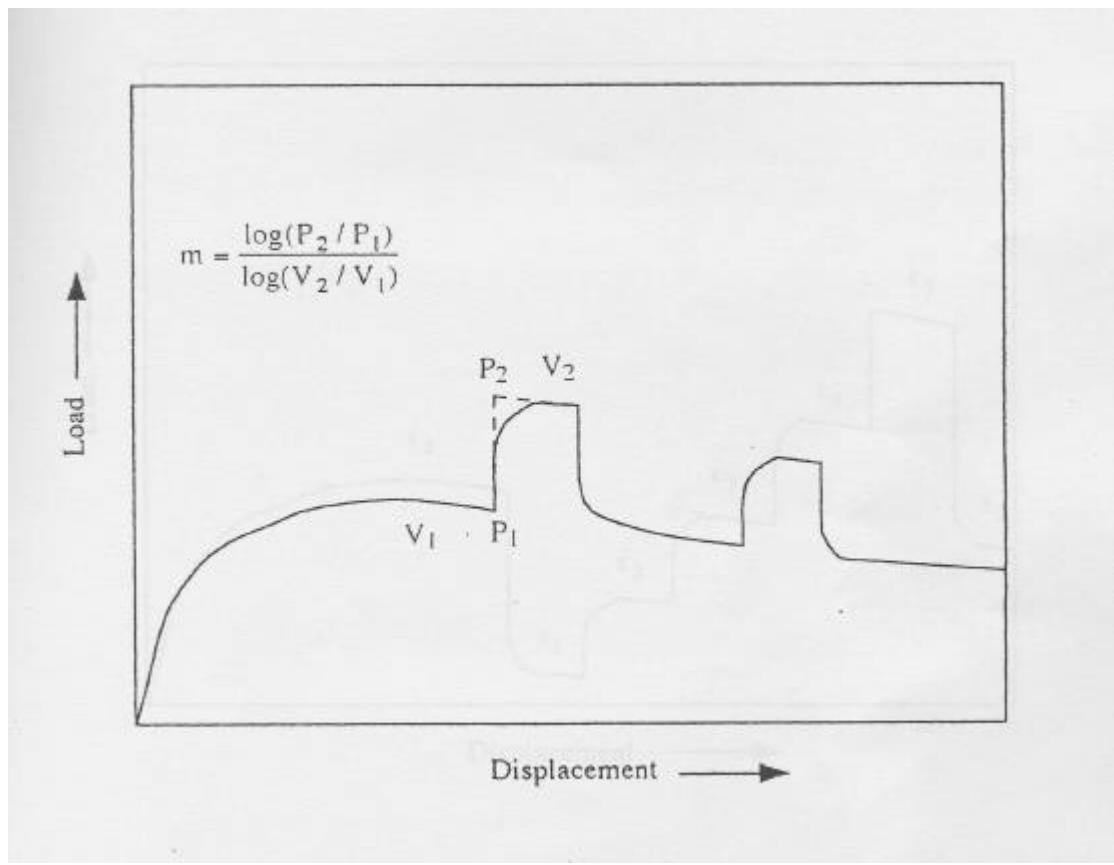
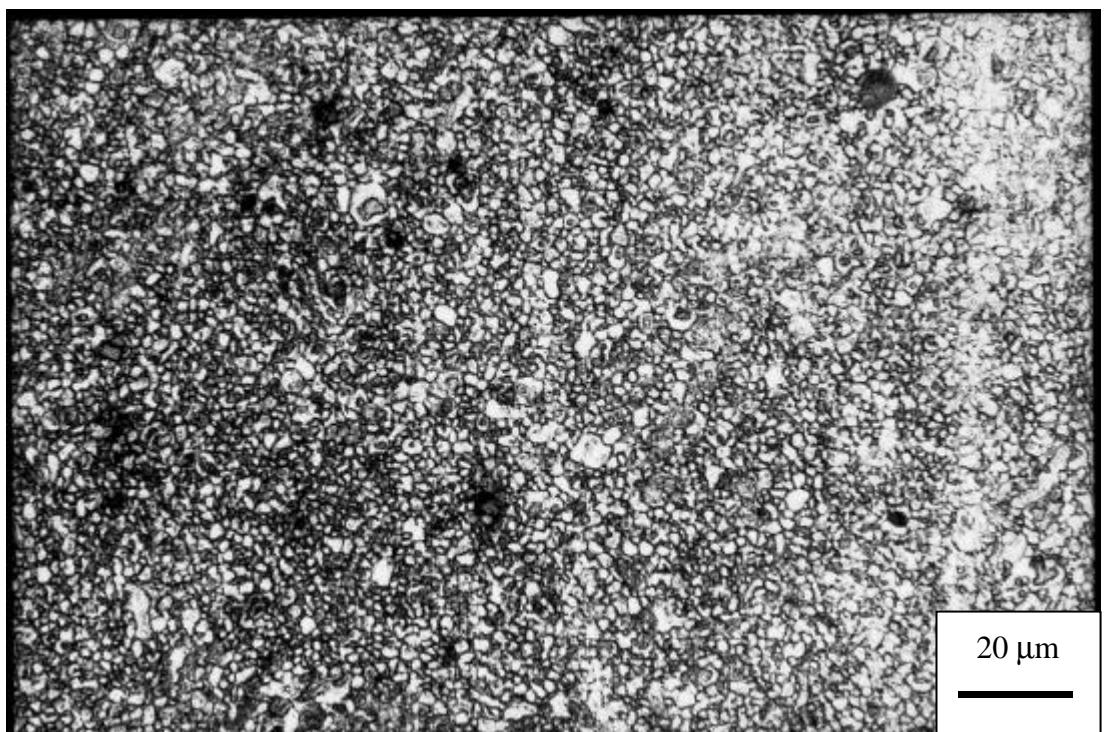


圖 2-5 跳躍應變速率試驗法(Jump-strain-rate test method)之示意圖

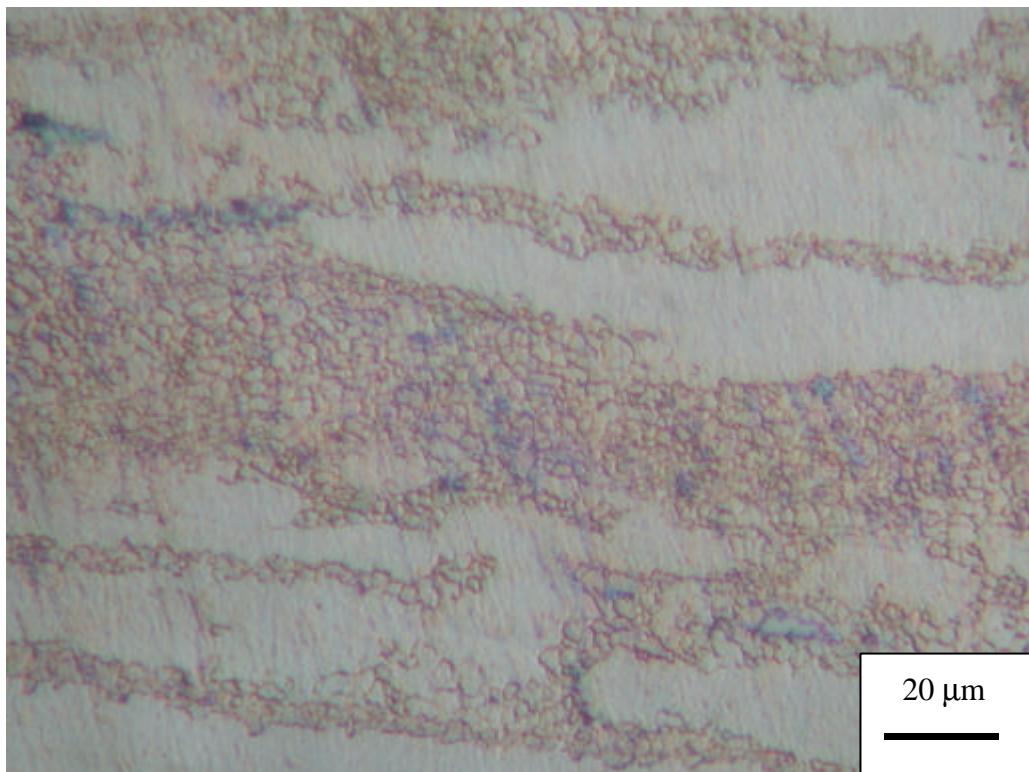


(a) 截面

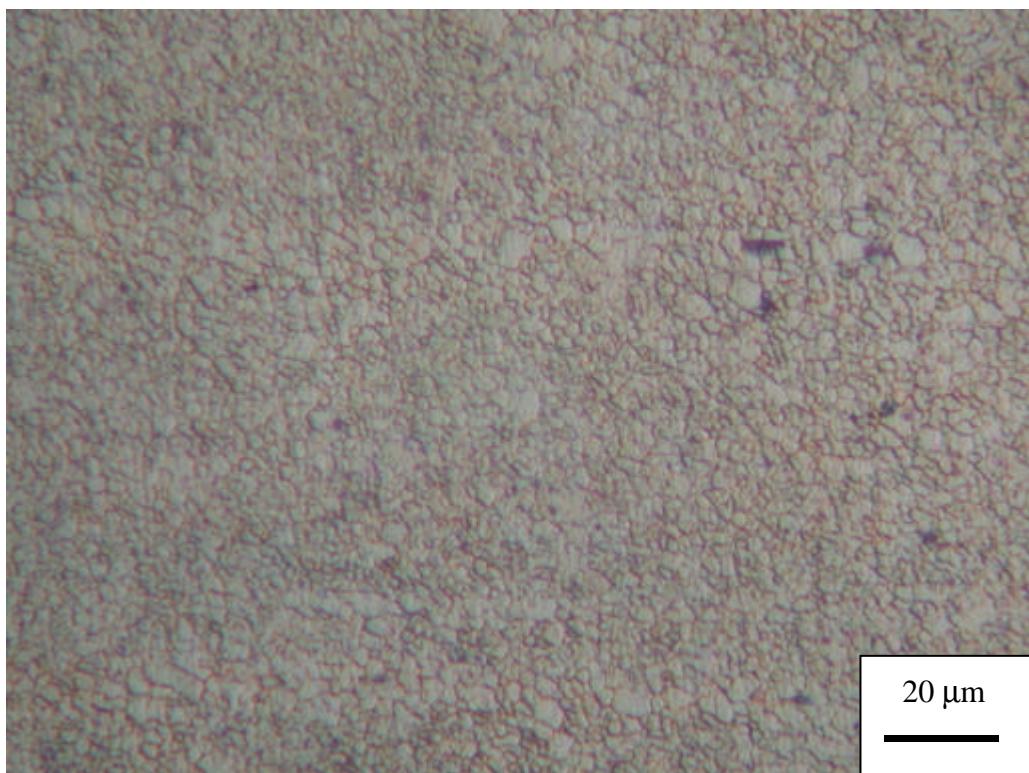


(b) 剖面

圖 3-1 AZ31 經過 100 : 1 擠型比的 E1 試片之晶粒大小

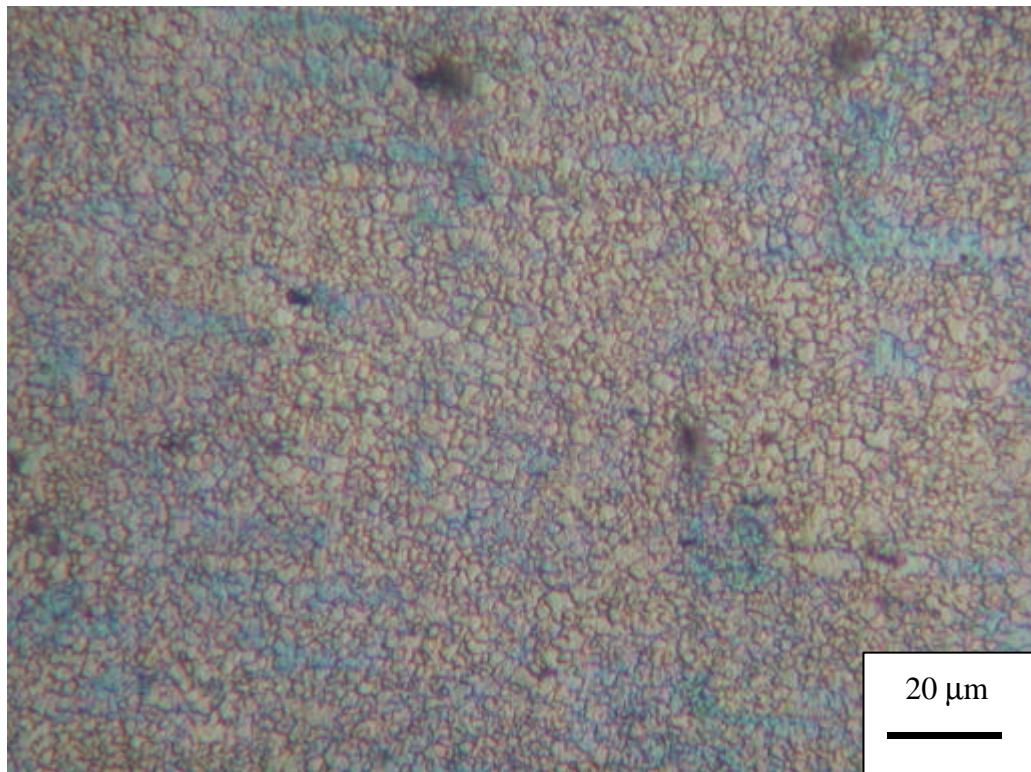


(a) 擠製後的前端



(b) 擠製後的中間段

圖 3-2 AZ31 經過 100 : 1 擠型比的 E2 試片的前、中、後段之晶粒大小



(c) 擠製後的後段

圖 3-2 AZ31 經過 100 : 1 擠型比的 E2 試片的前、中、後段之晶粒大小

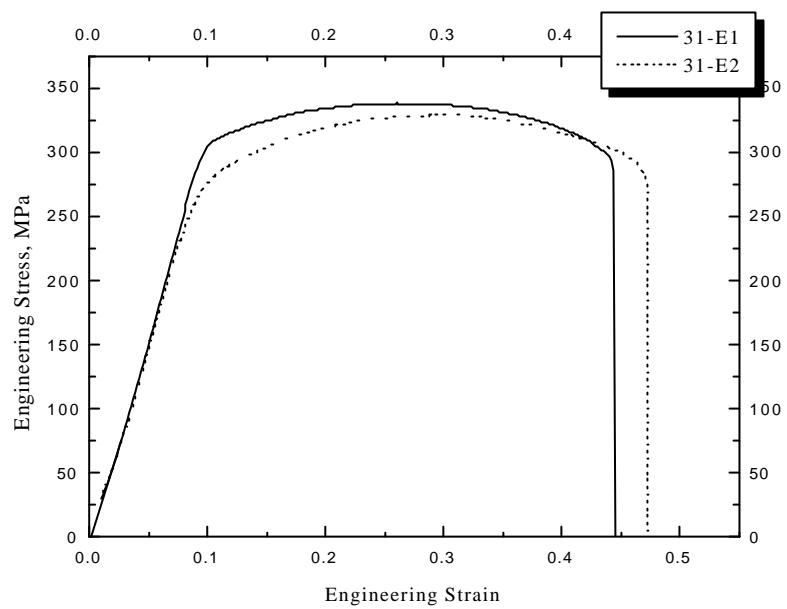


圖 3-3 AZ31 合金之 E1 與 E2 的室溫拉伸應力-應變圖

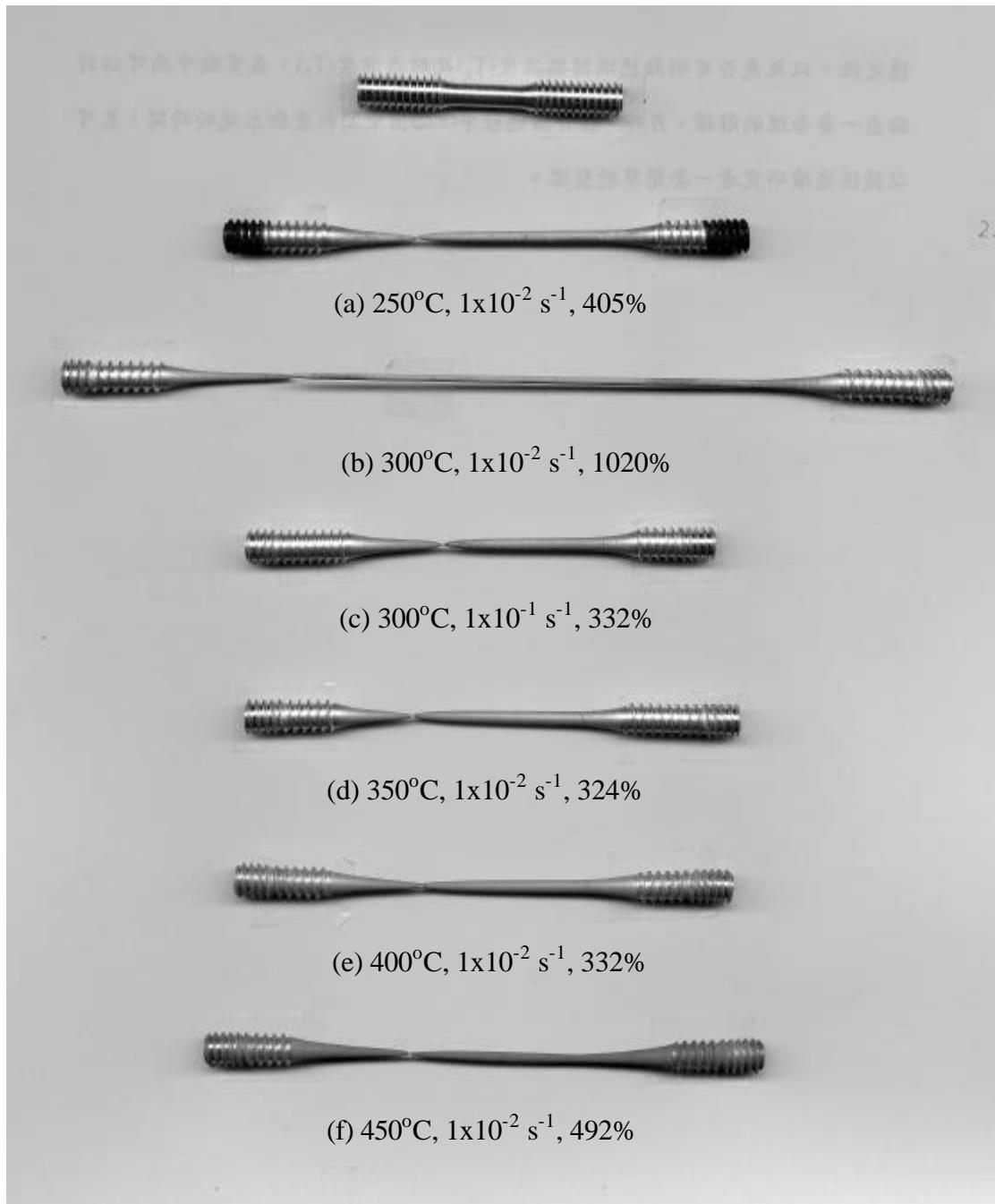


圖 3-4 AZ31 合金之 E1 棒材試片在應變速率 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 與 $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ 下，不同溫度的拉伸後變化情形

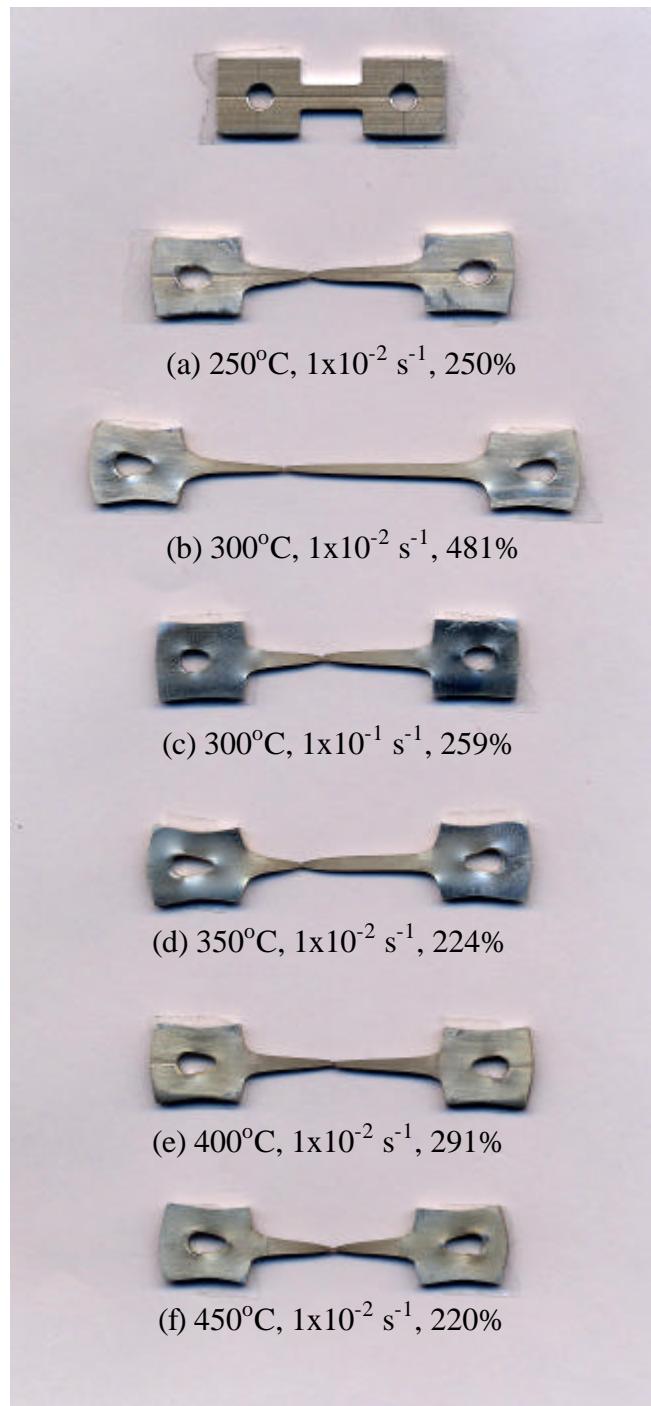


圖 3-5 AZ31 合金之 E2 板材試片在 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 與 $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ 下，不同溫度的拉伸後變化情形

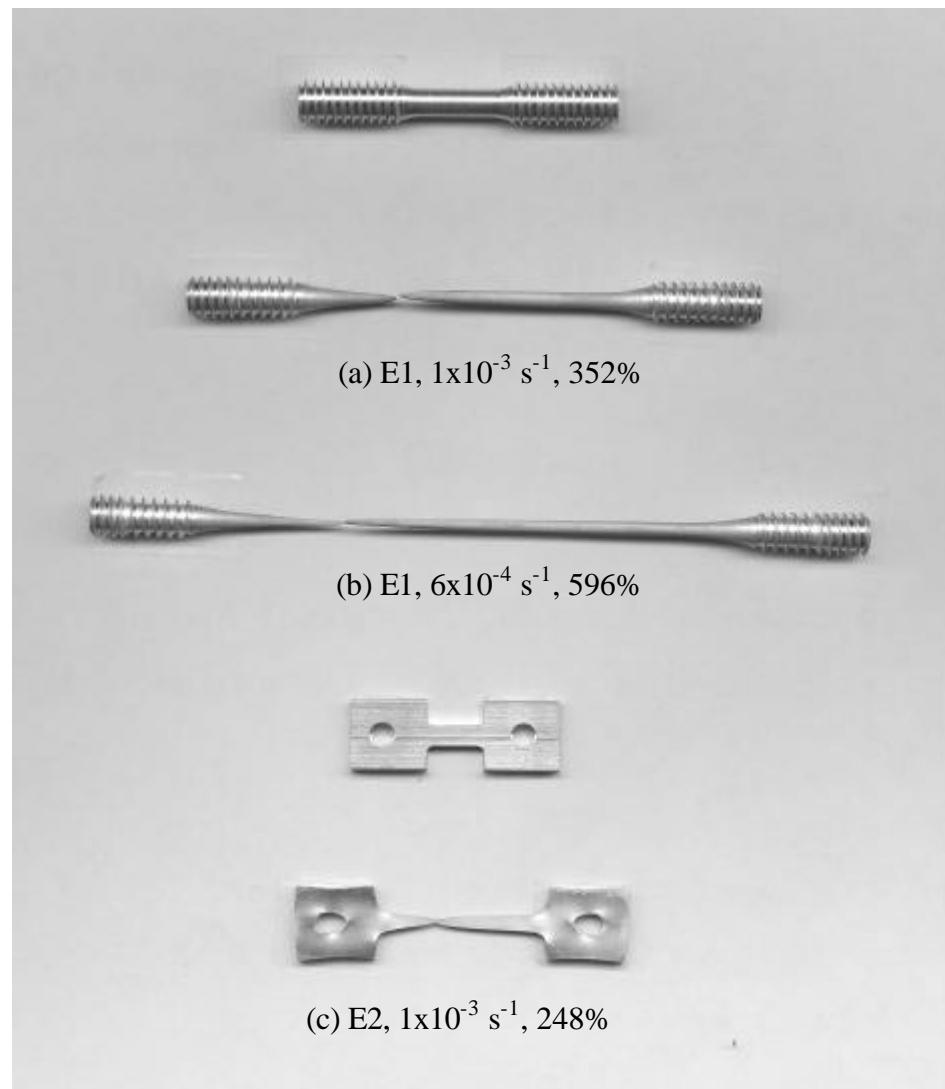
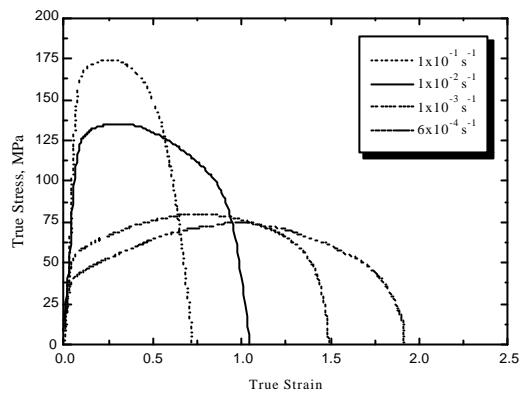
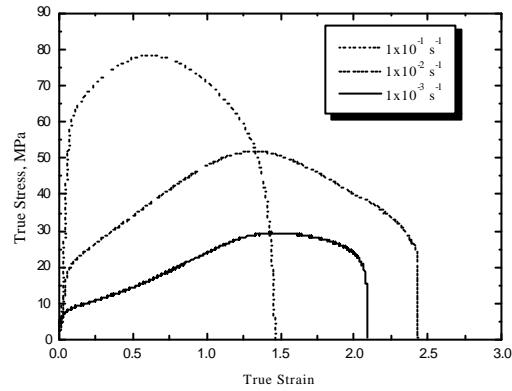


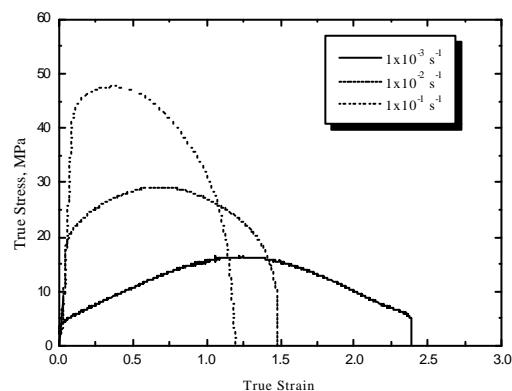
圖 3-6 AZ31 合金之 E1 與 E2 試片在 200°C ，不同應變速率下，拉伸後的變化情形



(a) 200°C

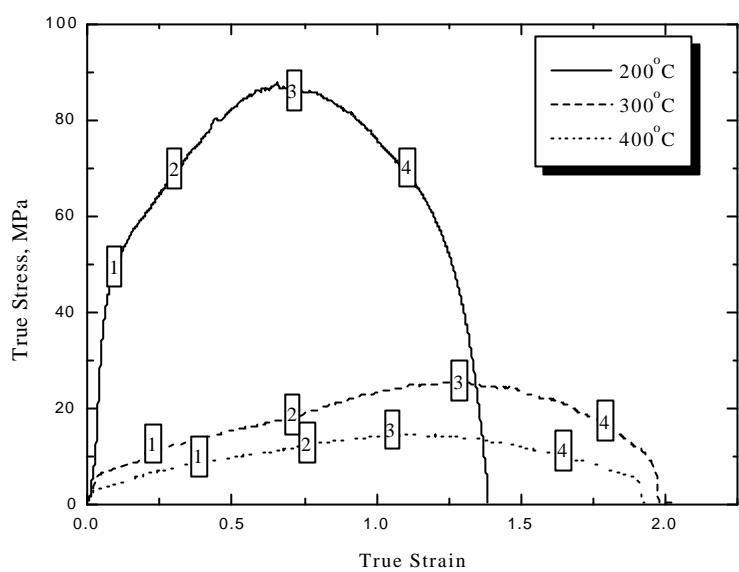


(b) 300°C

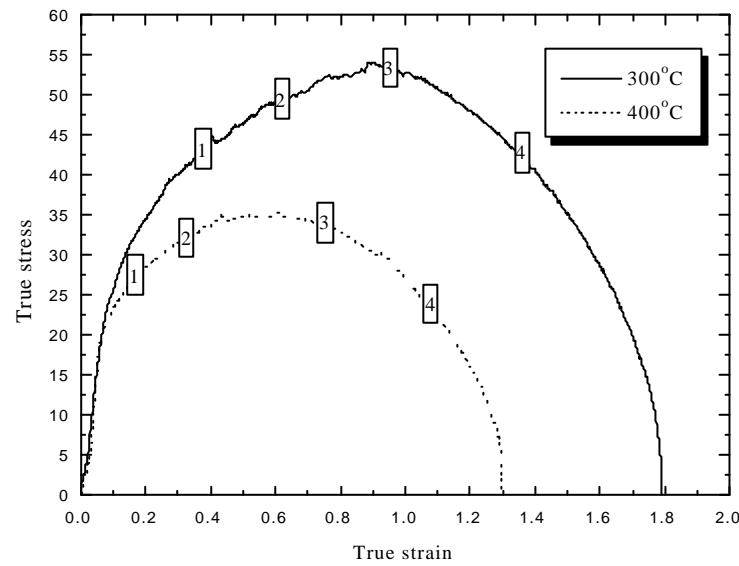


(c) 400°C

圖 3-7 AZ31 合金之 E1 試片在不同溫度與應變速率下的應力應變圖

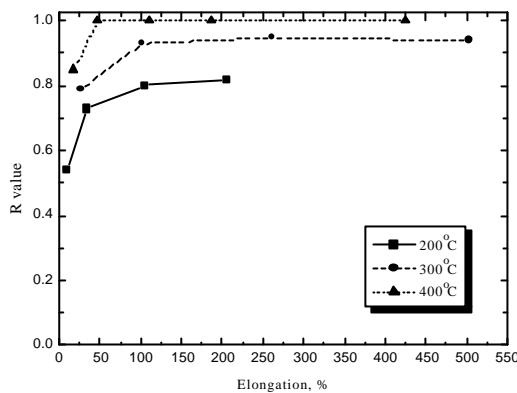


(a) 以 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$

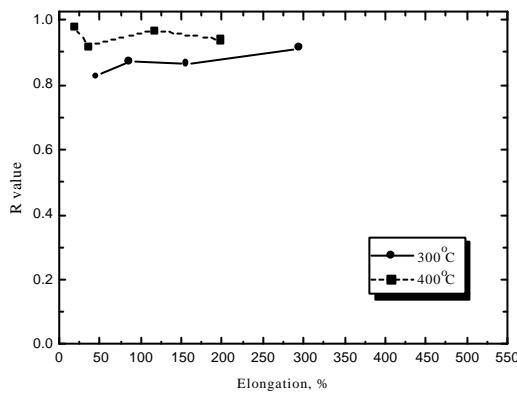


(b) 以 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$

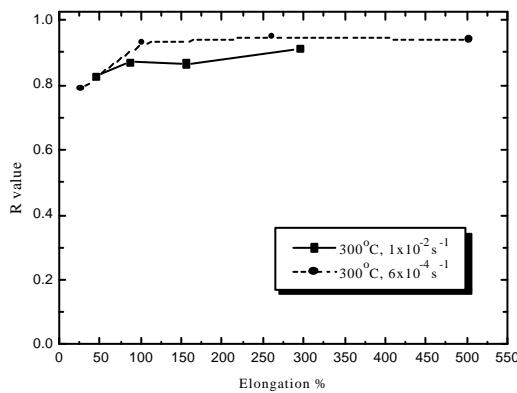
圖 3-8 AZ31 合金之 E2 試片在 200°C , 300°C 還有 400°C 下, 以 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 與 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 拉伸的真實-應力應變圖, 其中數字標號乃表截取測量裂孔之試片



(a) E2 試片以 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 下



(b) E2 試片以 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 下



(c) E2 試片在 300°C 下

圖 3-9 不同變形條件下，R 值在不同伸長量的變化趨勢

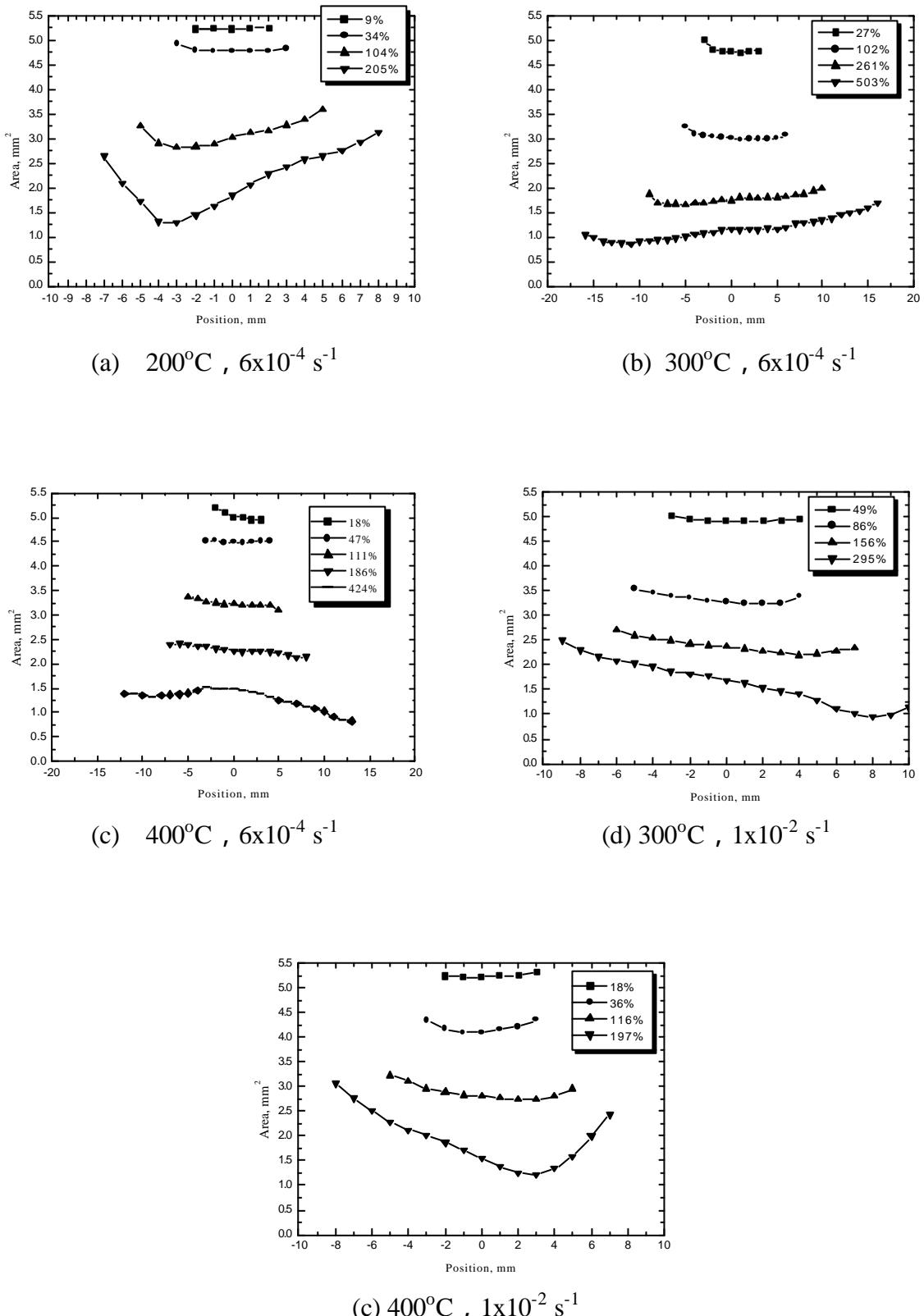
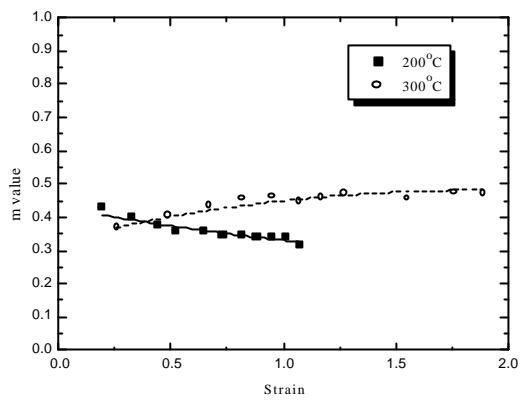
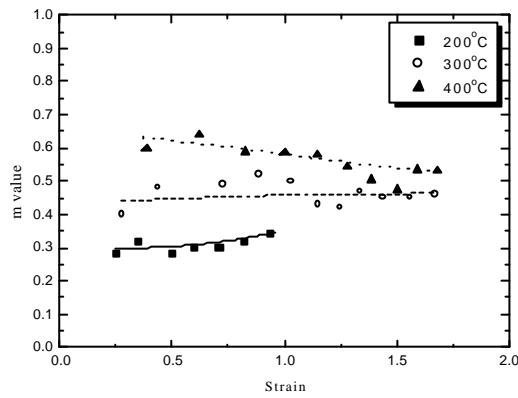


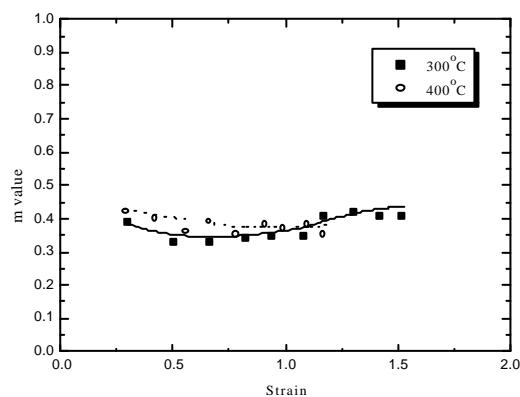
圖 3-10 各種不同變形條件下的截面積縮減情形：(a) $200^{\circ}\text{C}, 6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ；(b) $300^{\circ}\text{C}, 6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ；(c) $400^{\circ}\text{C}, 6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ；(d) $300^{\circ}\text{C}, 1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ；(e) $400^{\circ}\text{C}, 1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$



(a) E1 試片以 $0.0006\text{ s}^{-1} \sim 0.001\text{ s}^{-1}$

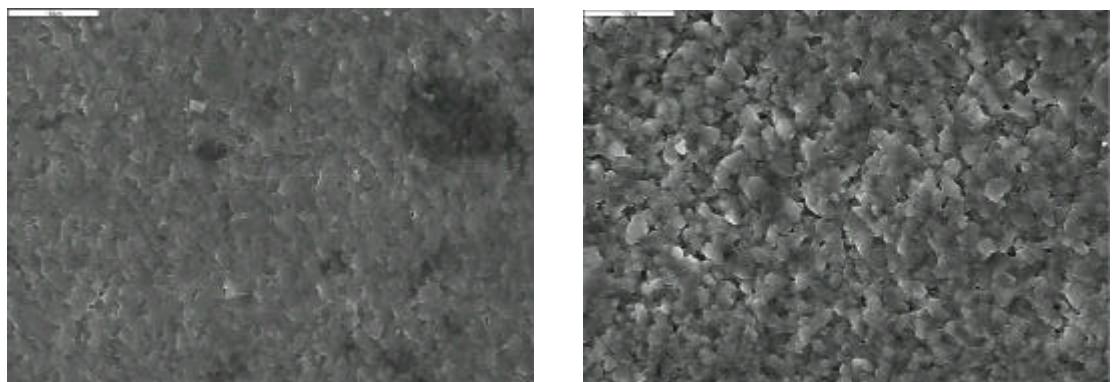


(b) E2 試片以 $0.0005\text{ s}^{-1} \sim 0.0008\text{ s}^{-1}$



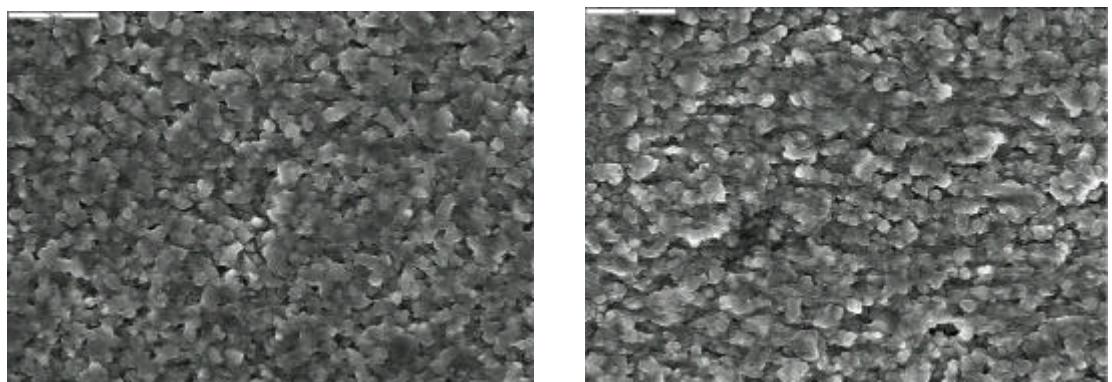
(c) E2 試片以 $0.009\text{ s}^{-1} \sim 0.02\text{ s}^{-1}$

圖 3-11 AZ31 合金之 E1 試片與 E2 試片的跳躍應變速率測試結果



(a)

(b)

40 μm 

(c)

(d)

拉伸方向
← →

圖 3-12 200°C 以 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 拉伸到不同應變的表面形貌，(a)20-4-2，(b)20-4-3，
(c)20-4-4，(d)20-4-5。

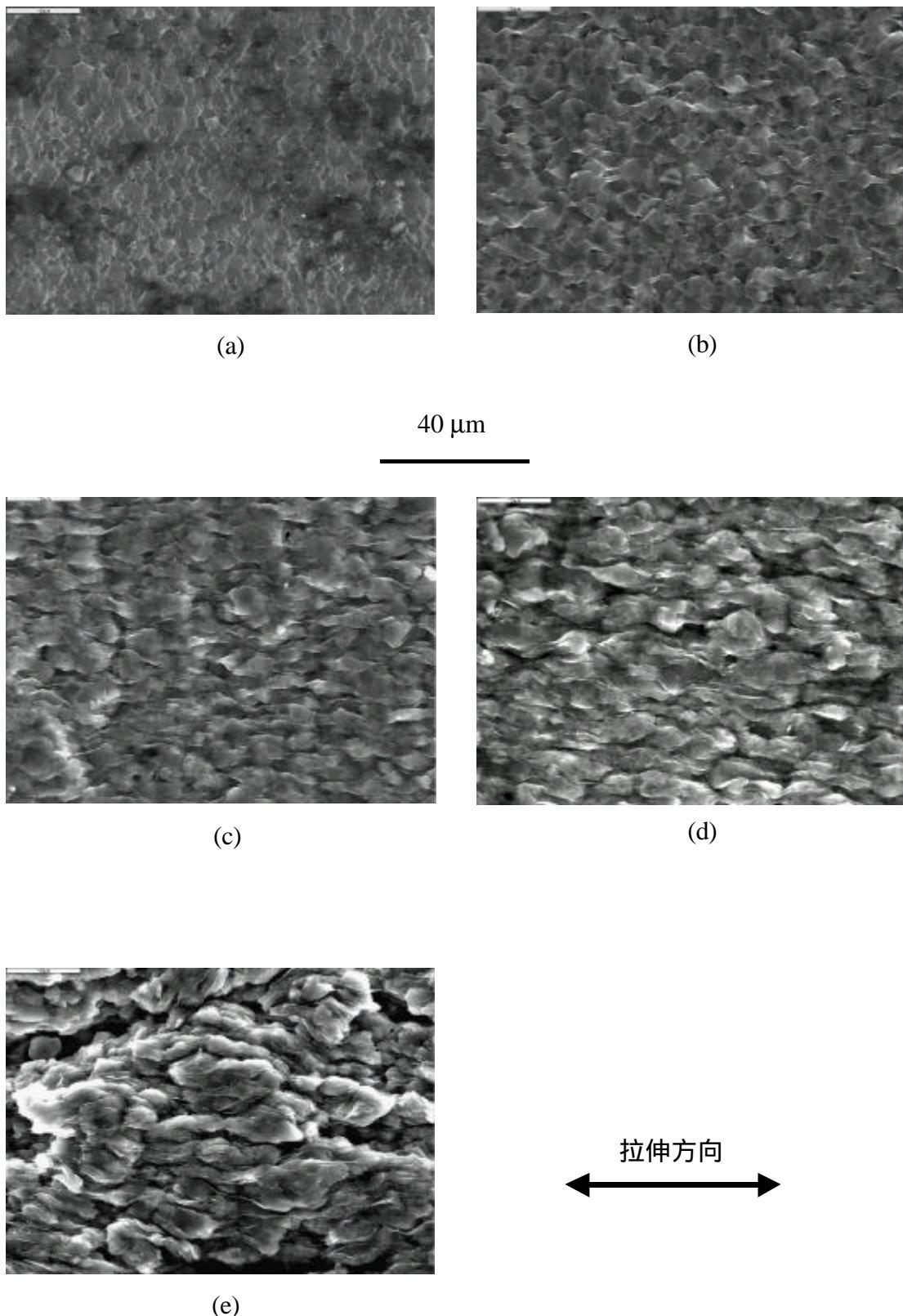
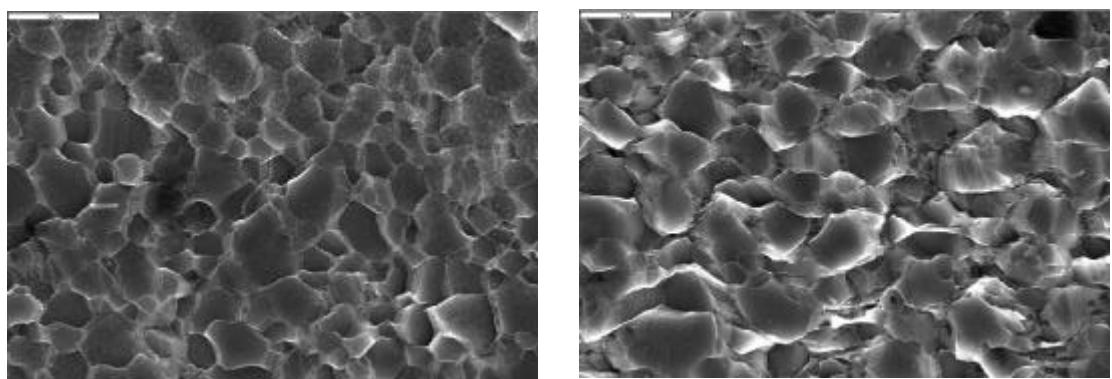
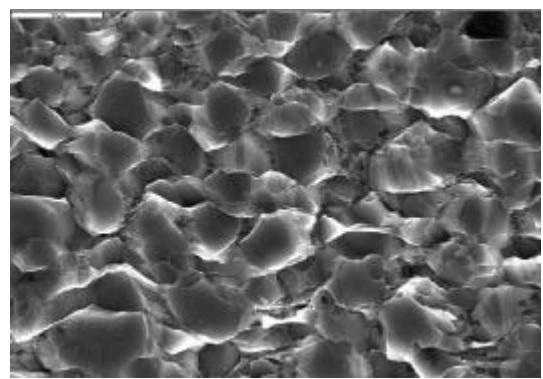


圖 3-13 300°C 以 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 拉伸到不同應變的表面形貌，(a)30-4-1，(b) 30-4-2，(c)30-4-3，(d)30-4-4，(e)30-4-5。



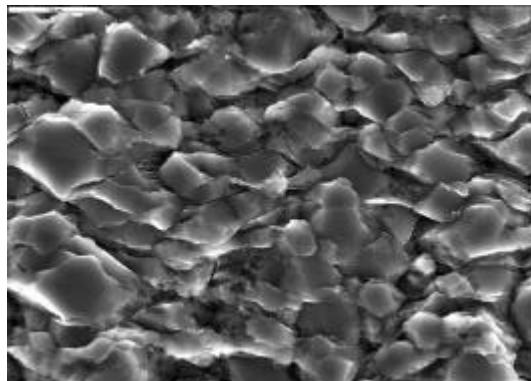
(a)



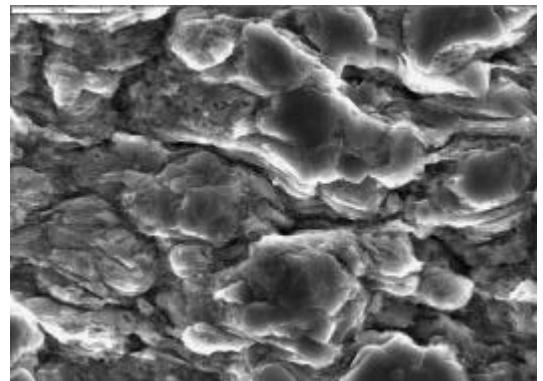
(b)

40 μm

—



(c)



(d)

拉伸方向



圖 3-14 400°C 以 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 拉伸到不同應變的表面形貌 , (a)40-4-1 , (b)40-4-2 ,
(c)40-4-3 , (d)40-4-4

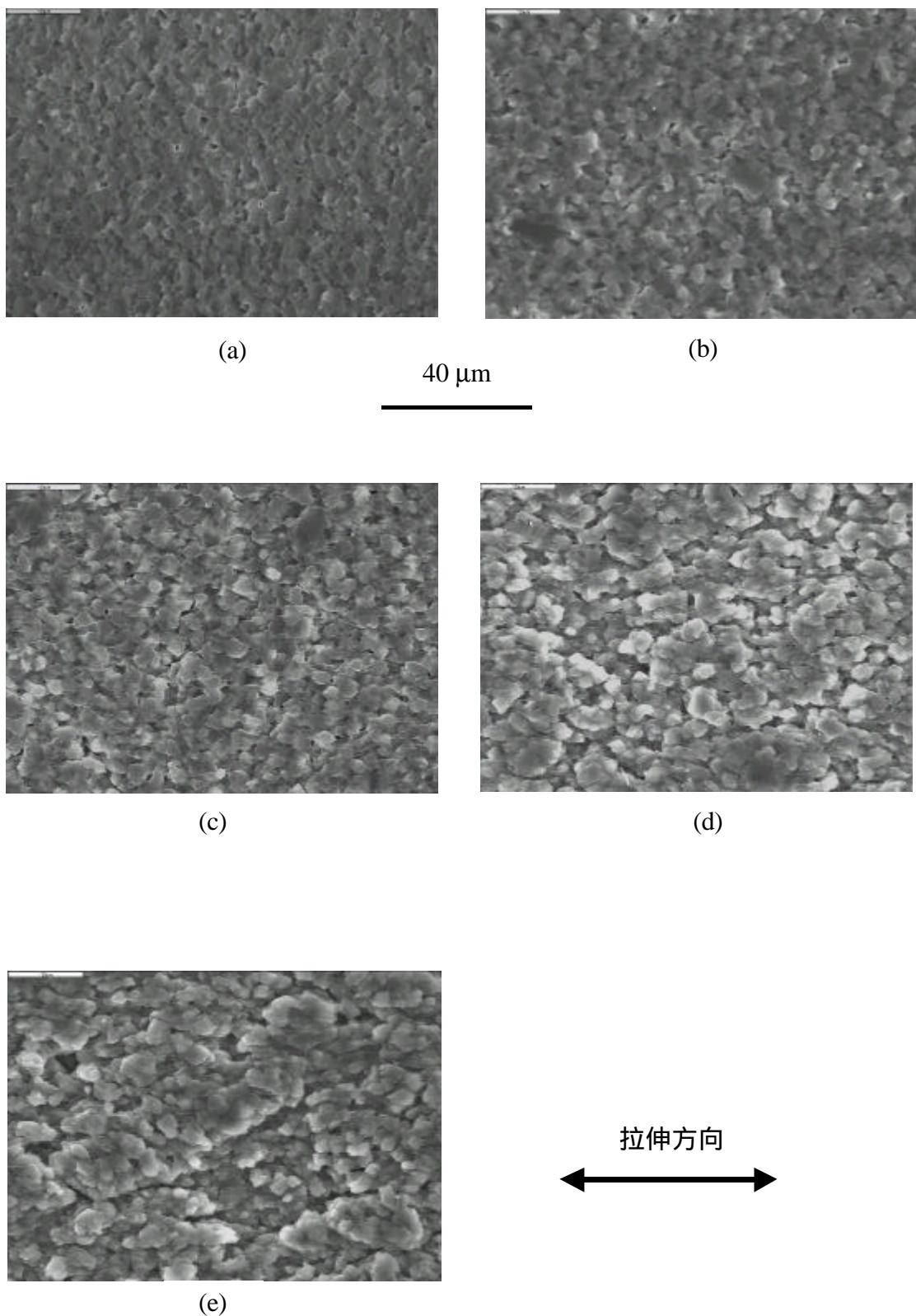


圖 3-15 300°C 以 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 拉伸到不同應變的表面形貌，(a)30-2-1，(b)
(b)30-2-2，(c)30-2-3，(d)30-2-4，(e)30-2-5。

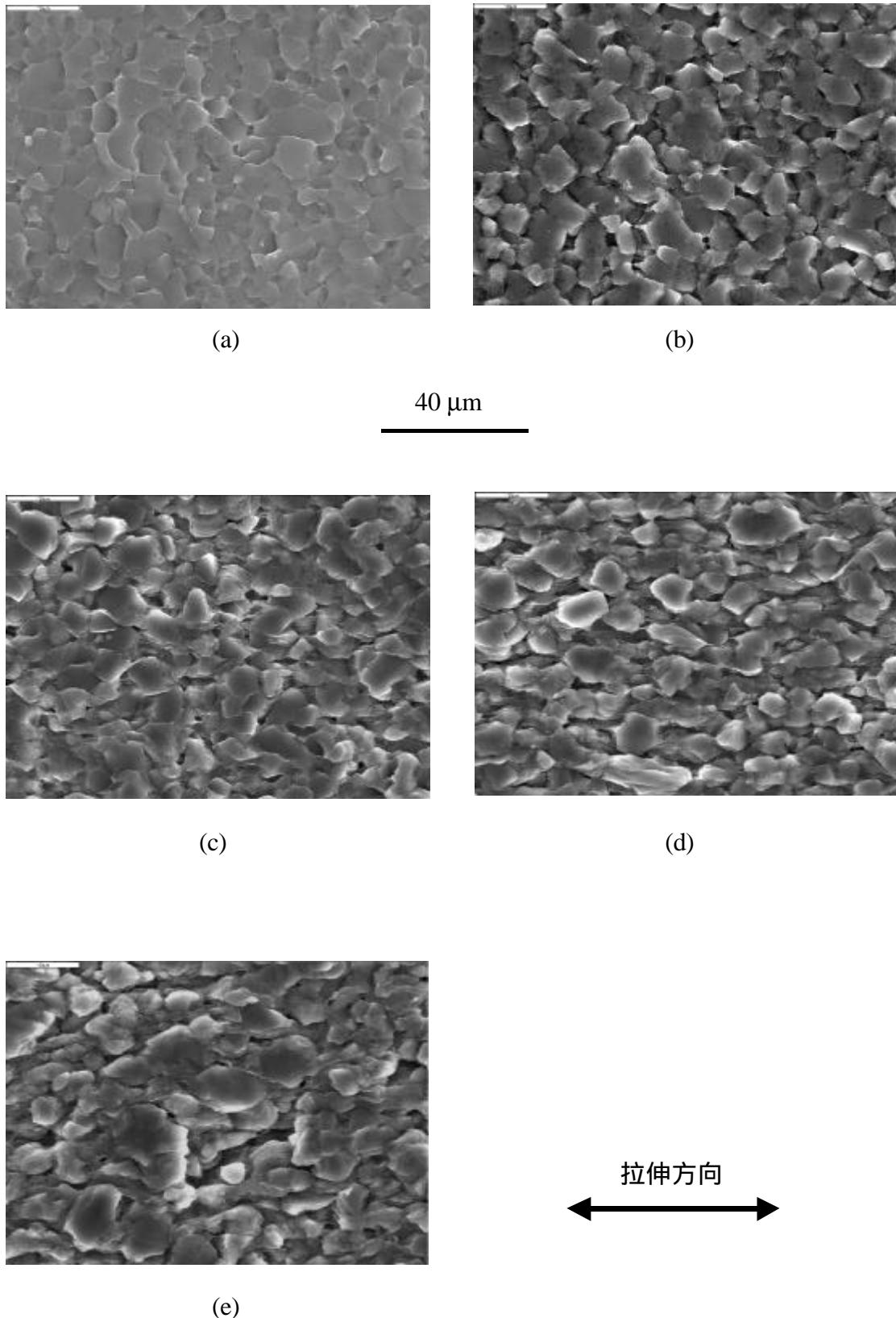
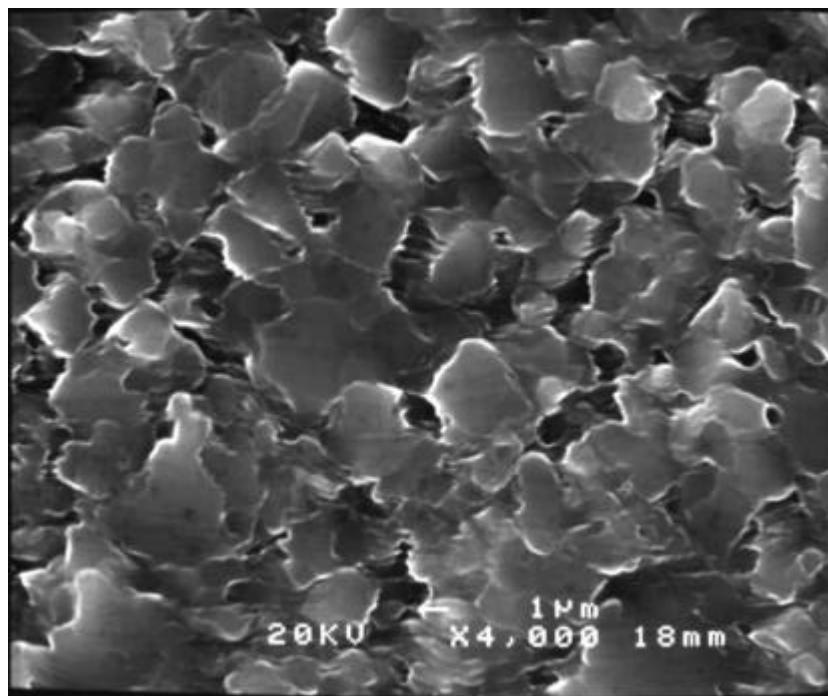
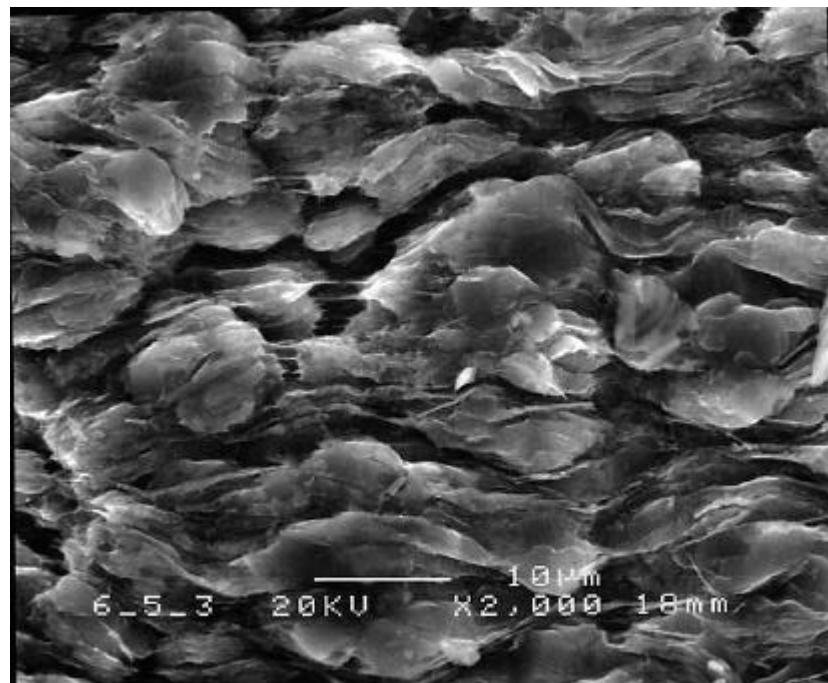


圖 3-16 400°C 以 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 拉伸到不同應變的表面形貌，(a)40-2-1，(b)
(b)40-2-2，(c)40-2-3，(d)40-2-4，(e)40-2-5。

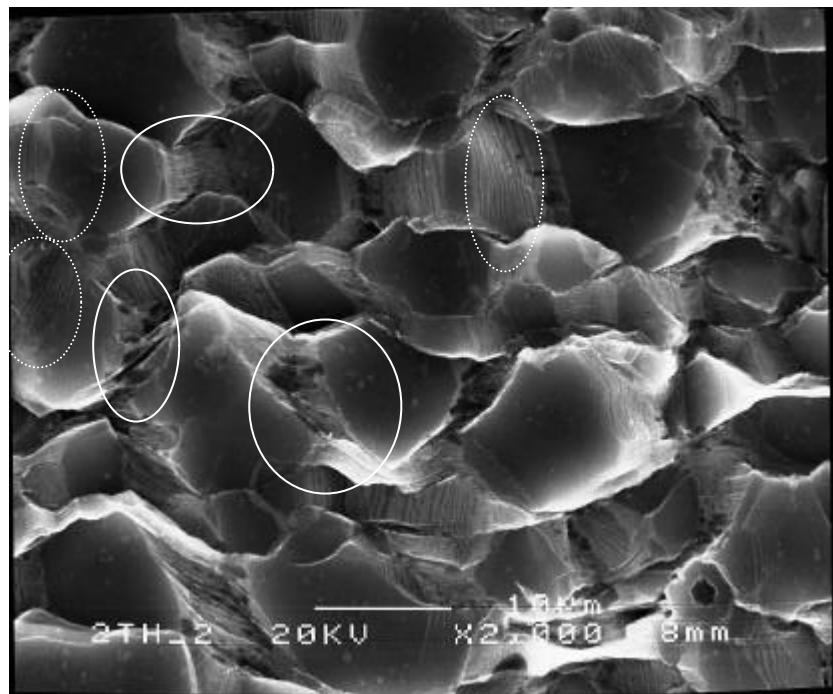


(a) 20-4-3 試片

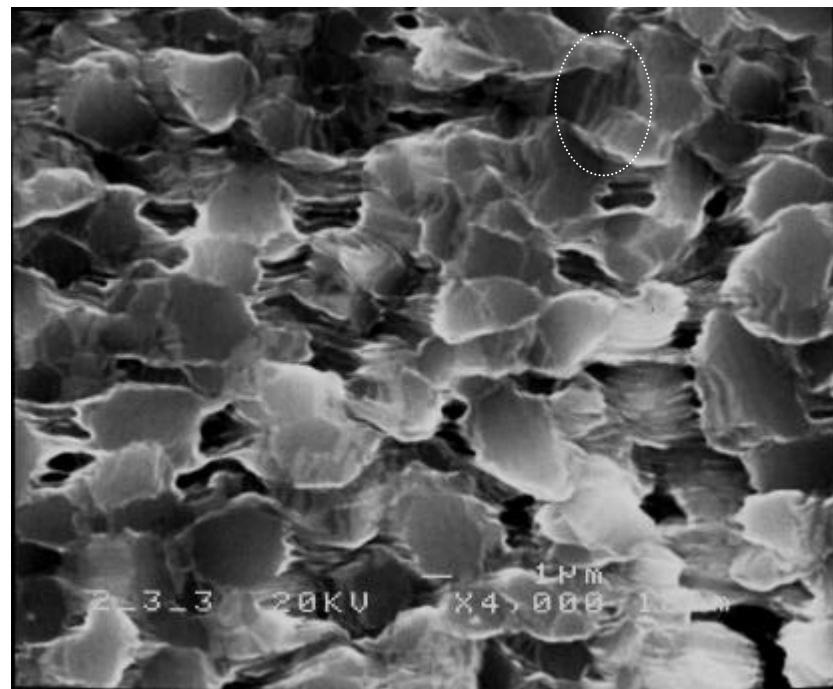


(b) 30-4-3 試片

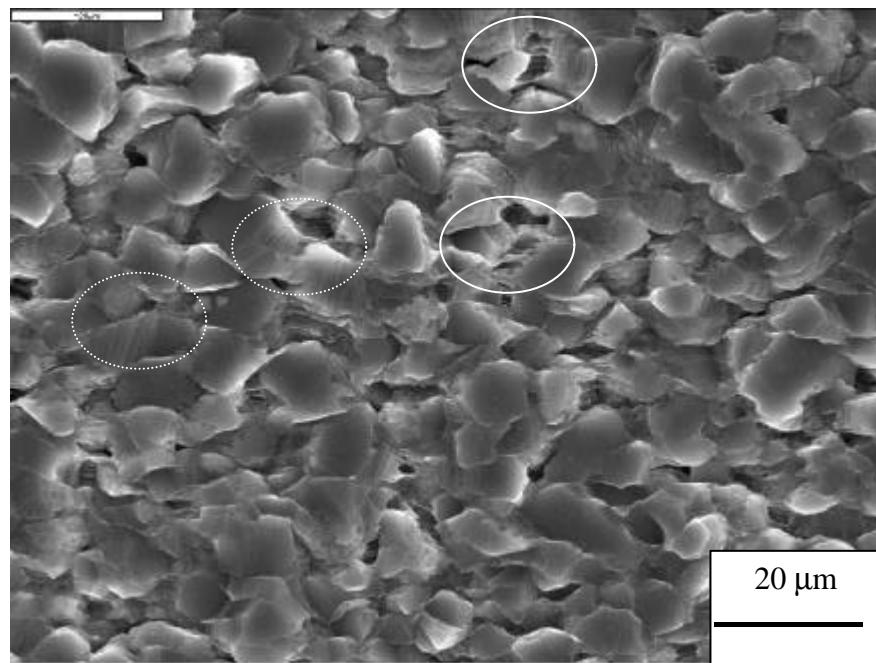
圖 3-17 E2 試片以 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 在各種不溫度變形下的晶界滑移痕跡



(c) 40-4-2 試片



(a) 30-2-3 試片



(b) 40-2-3 試片

圖 3-18 E2 試片以 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 在各種不同溫度變形下的晶界滑移痕跡

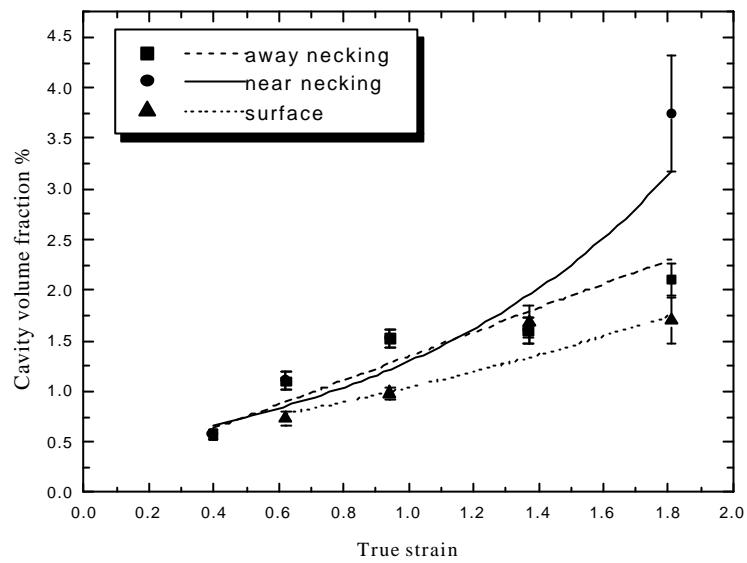
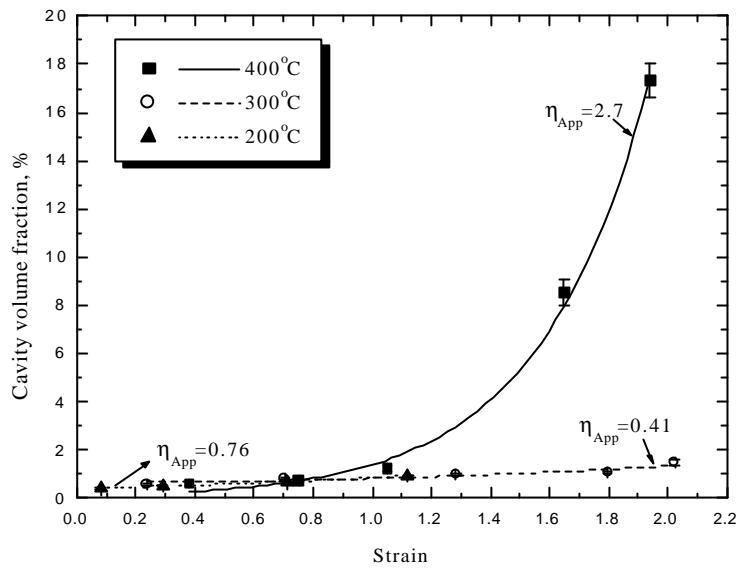
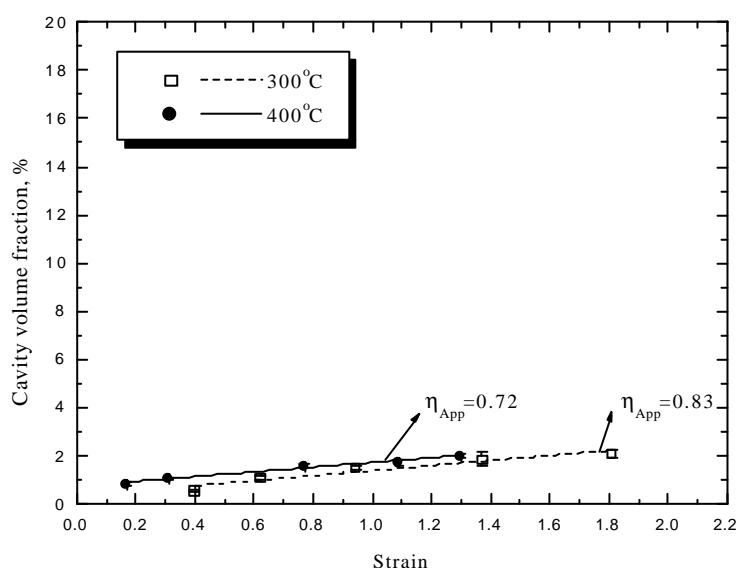


圖 3-19 不同試片位置的裂孔變化情形



(a) 試片以 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 變形



(b) 以 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 變形

圖 3-20 E2 試片以相同應變速率在不同溫度變形後的裂孔變化情形

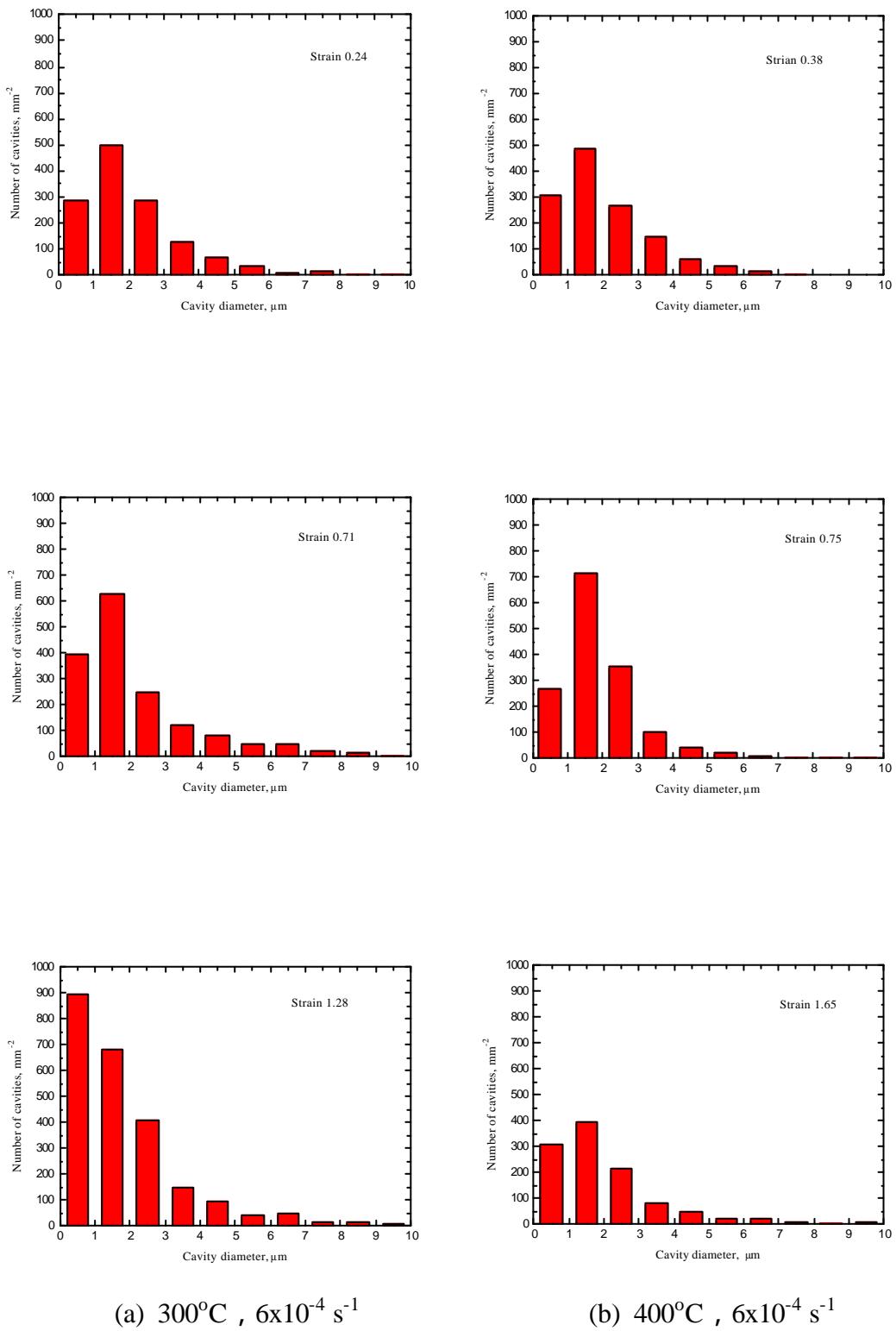


圖 3-21 E2 試片以 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 在不同溫度下，變形至不同應變，裂孔直徑小於 $10 \mu\text{m}$ 的數量分佈情形

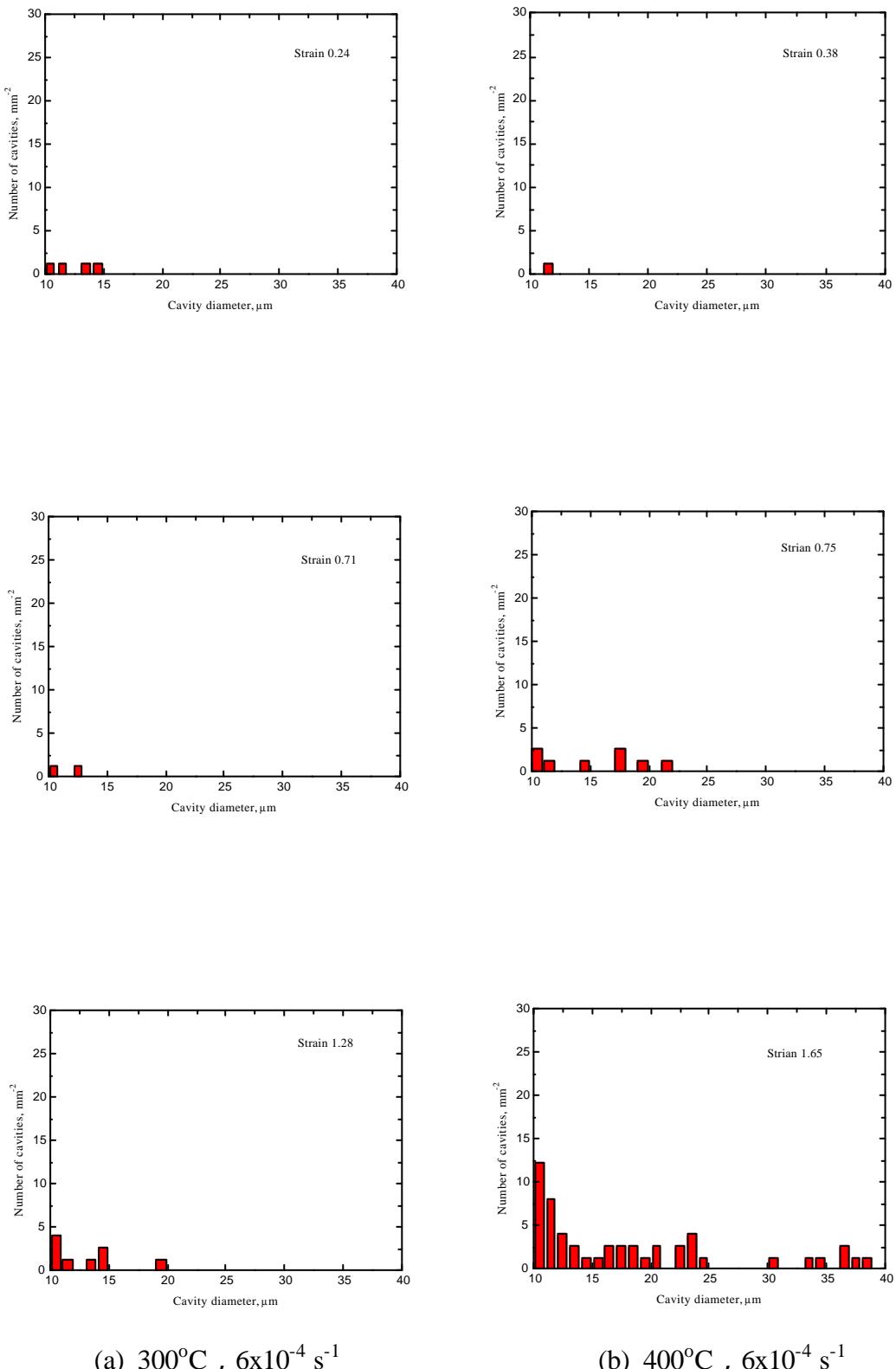


圖 3-22 E2 試片以 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 在不同溫度下，變形至不同應變，裂孔直徑大於 10 μm 的數量分佈情形

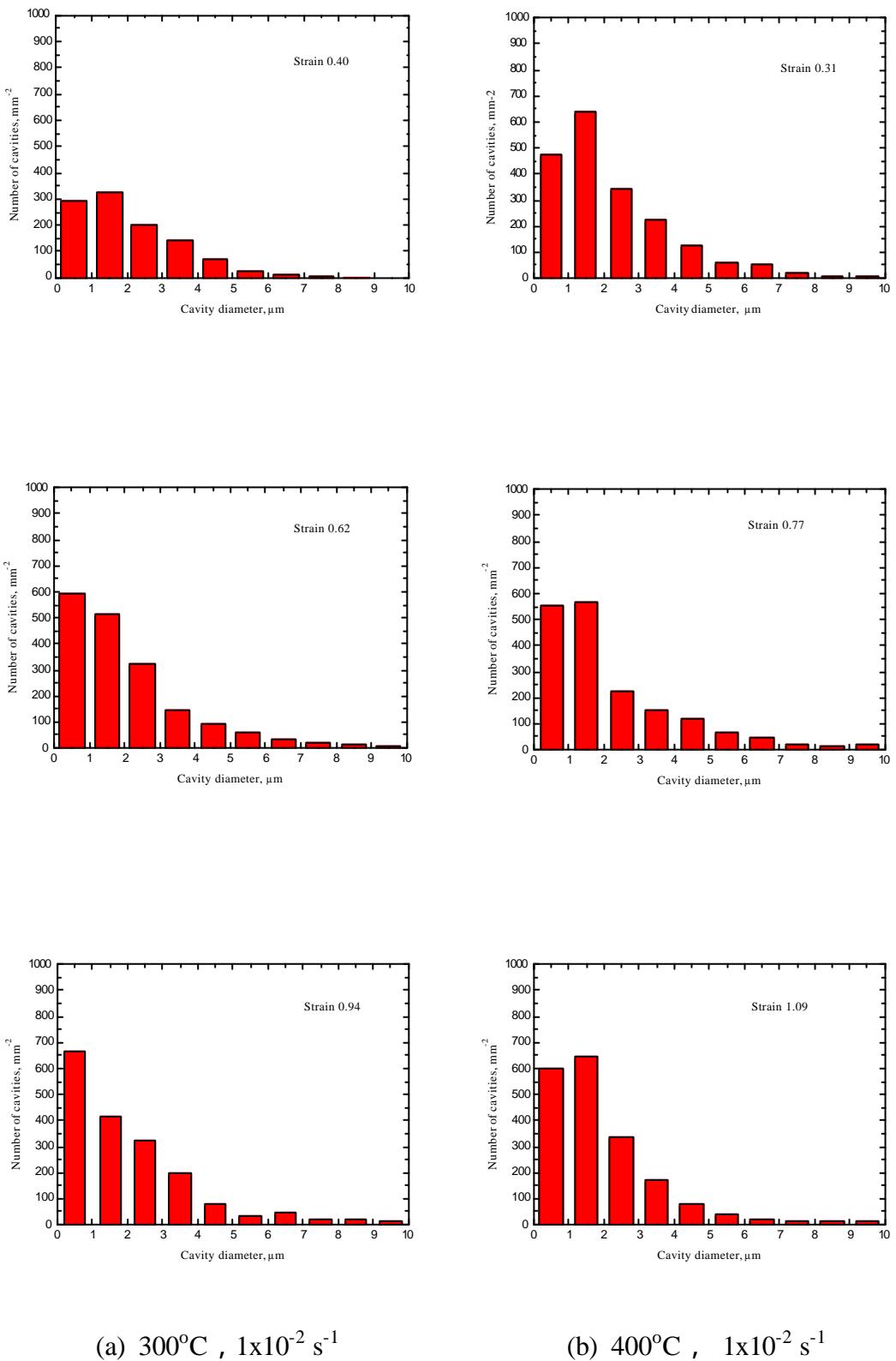


圖 3-23 E2 試片以 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 在不同溫度下，變形至不同應變，裂孔直徑小於 $10 \mu\text{m}$ 的數量分佈情形

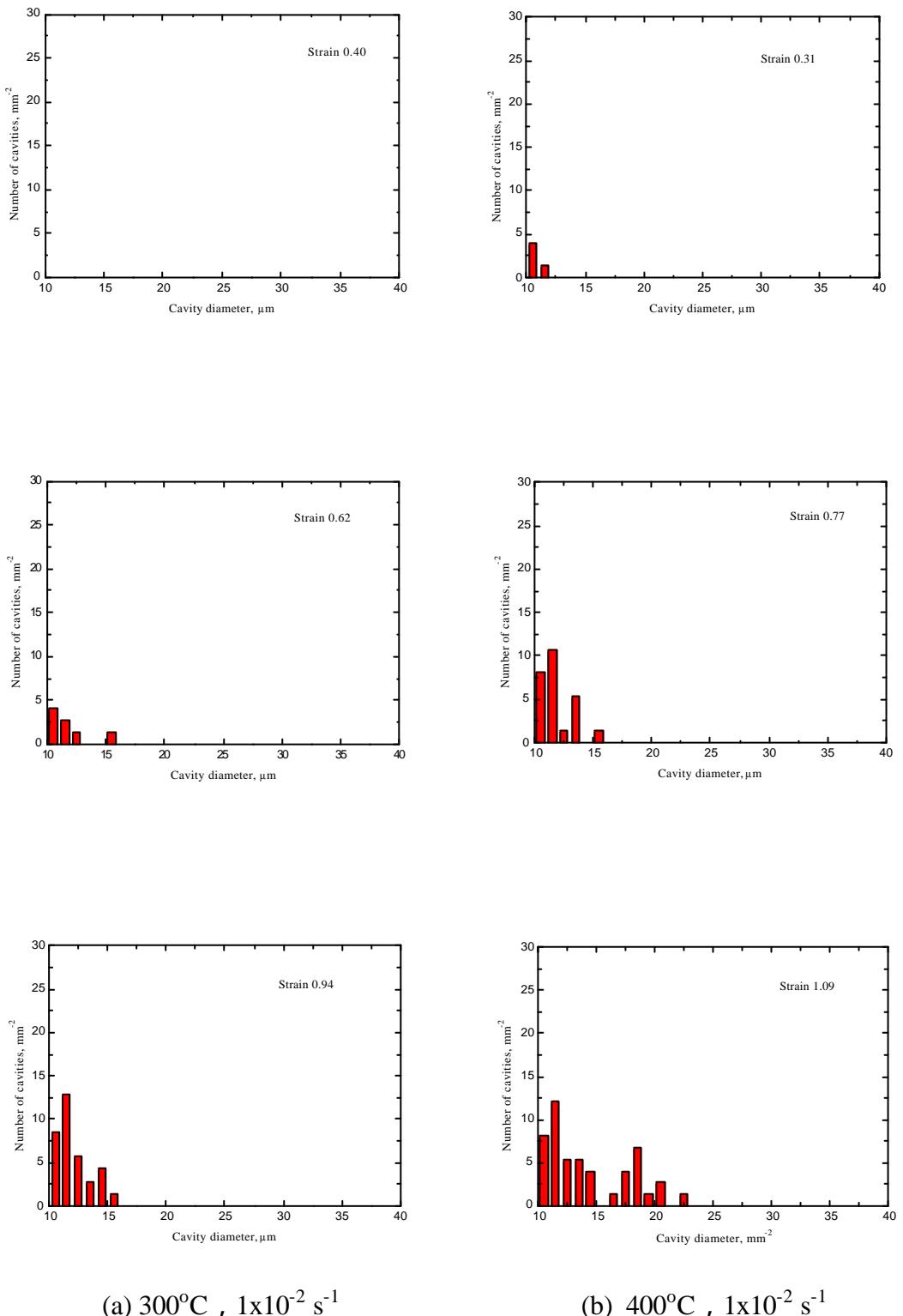


圖 3-24 E2 試片以 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 在不同溫度下，變形至不同應變，裂孔直徑大於 $10 \mu\text{m}$ 的數量分佈情形

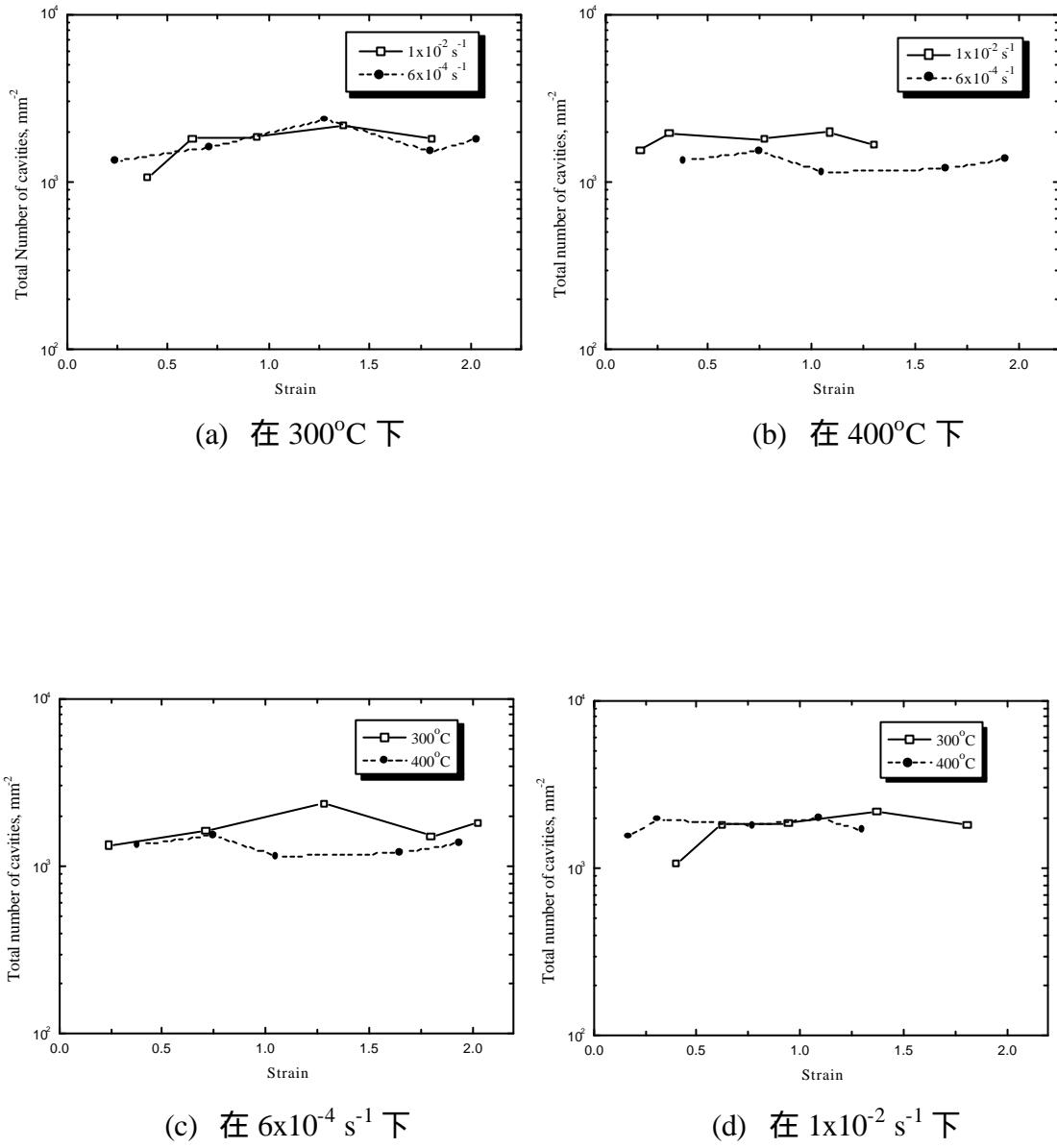


圖 3-25 AZ31 合金之 E2 試片在每單位面積之所有裂孔數目隨著應變變化之情形

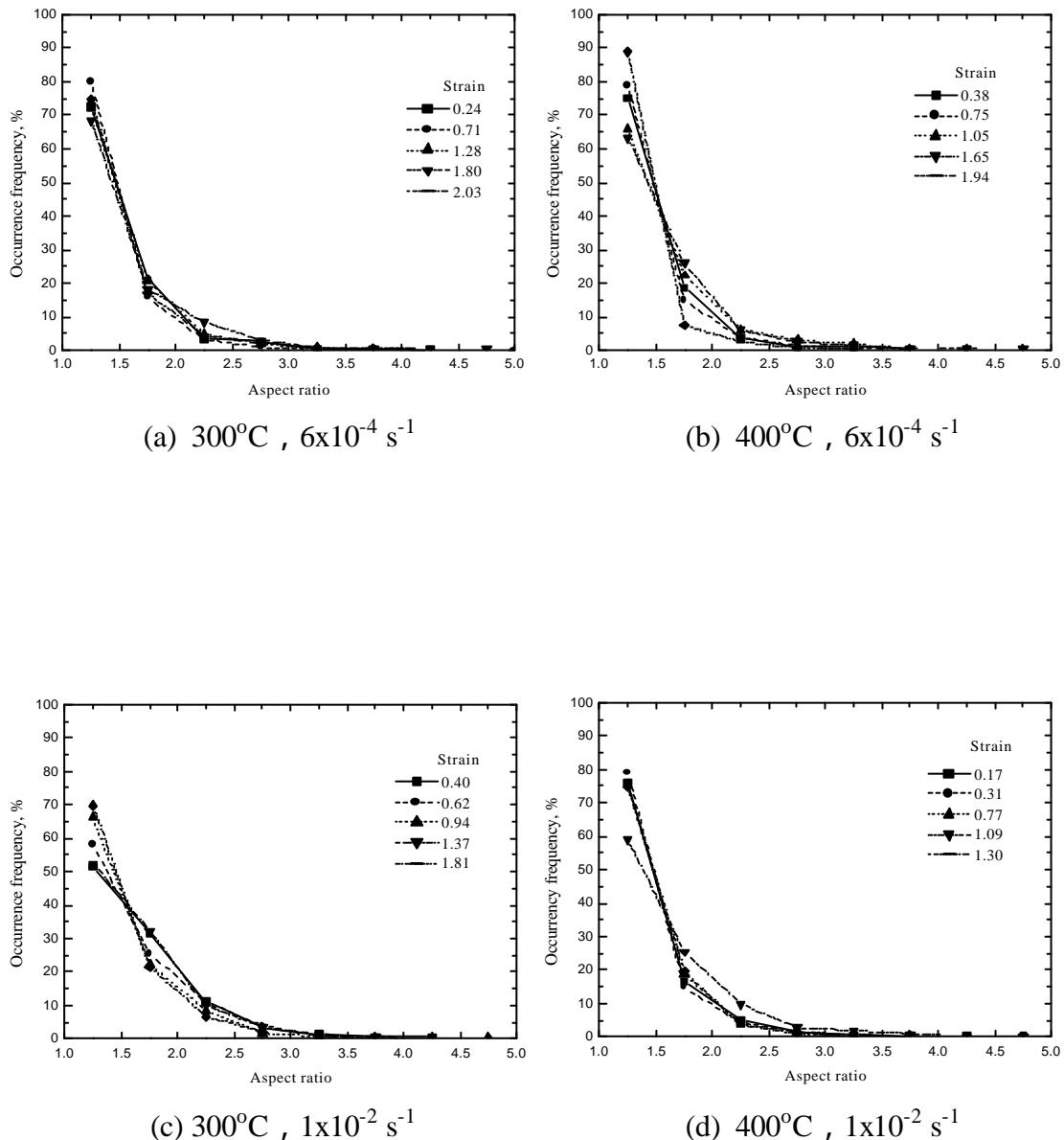


圖 3-26 裂孔直徑小於 $2 \mu\text{m}$ 之長短軸比分佈情形

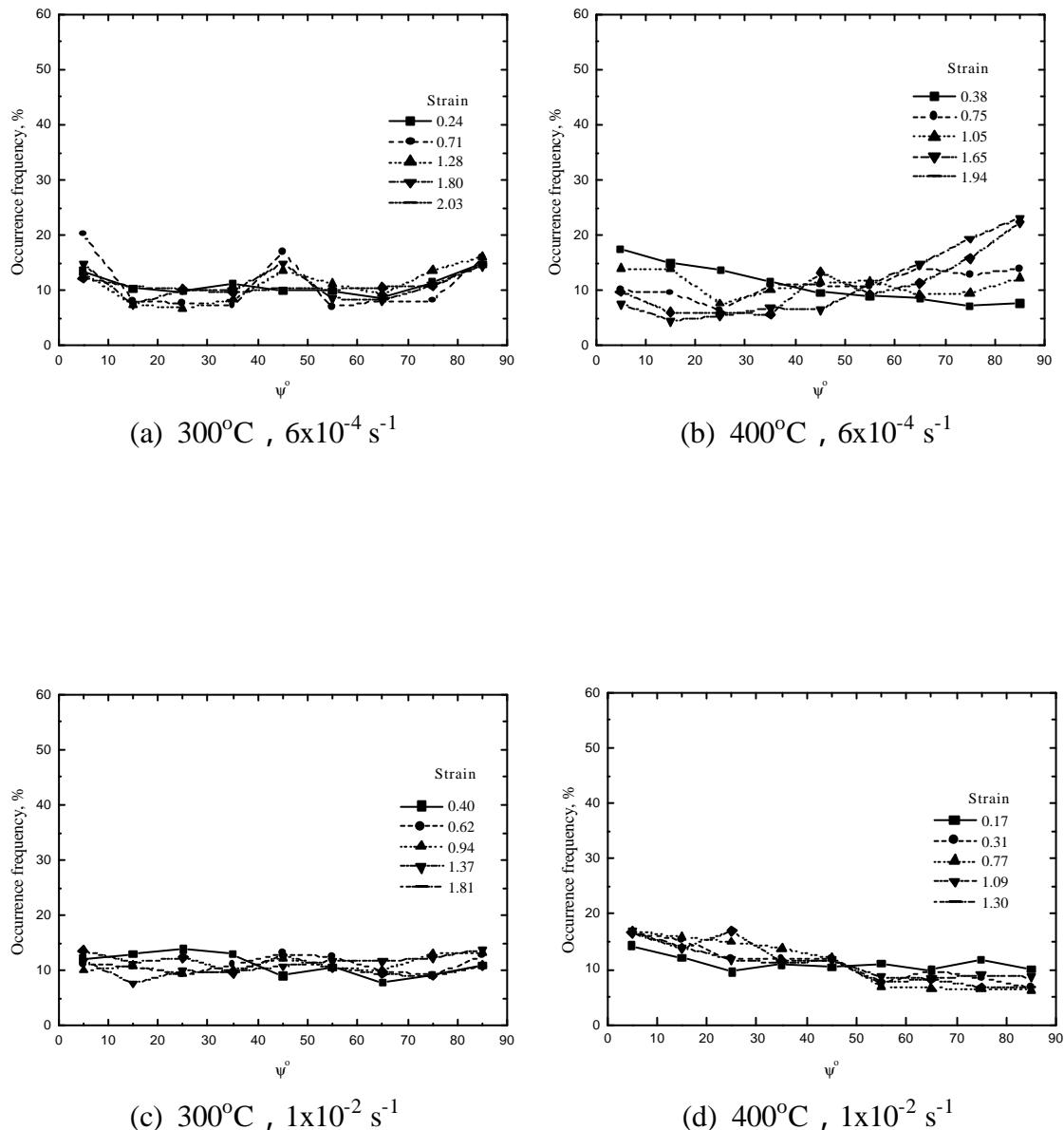


圖 3-27 裂孔直徑小於 $2 \mu\text{m}$ 之長軸與拉伸軸夾角

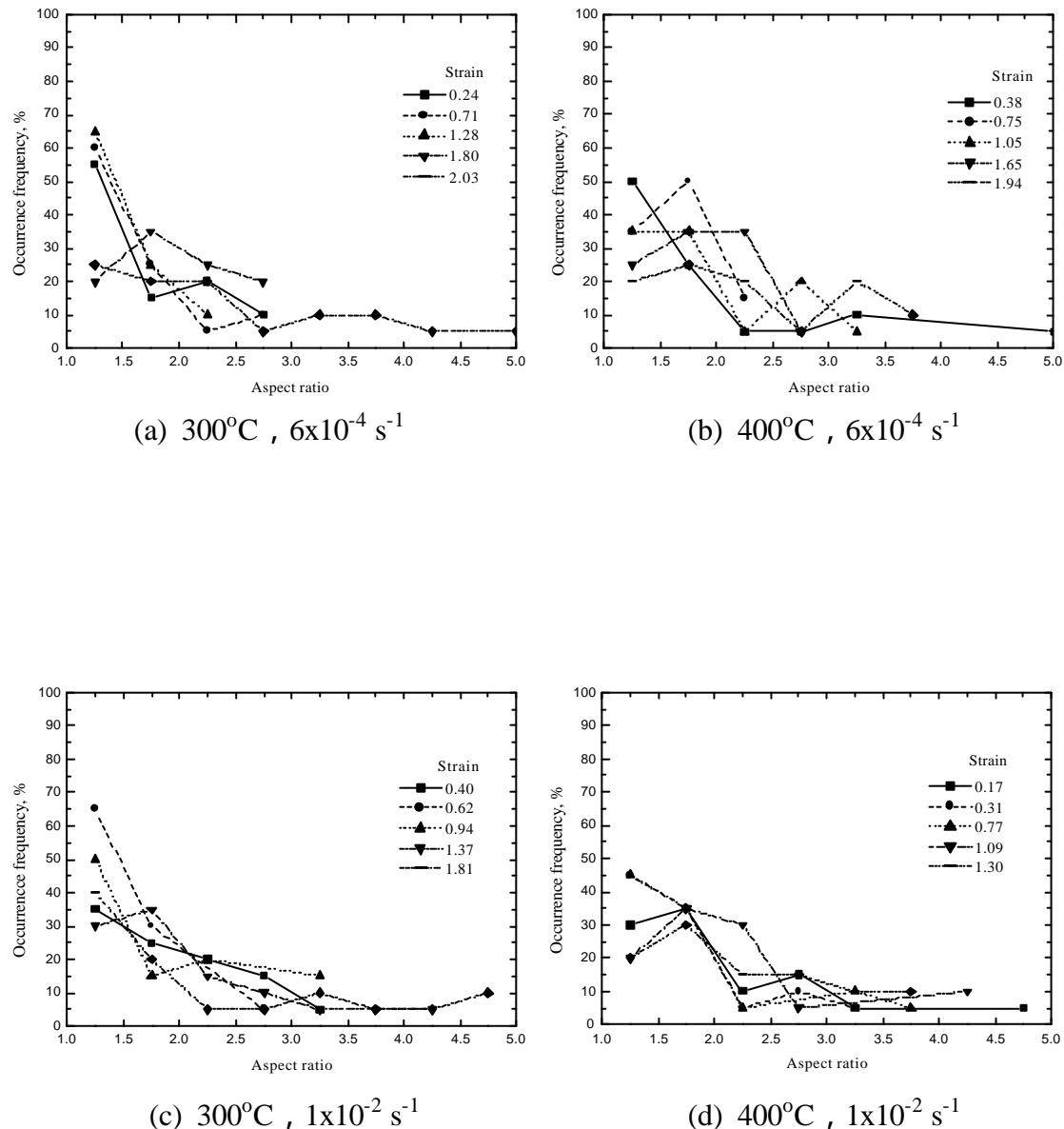


圖 3-28 裂孔尺寸最大前 20 個之長短軸分佈情形

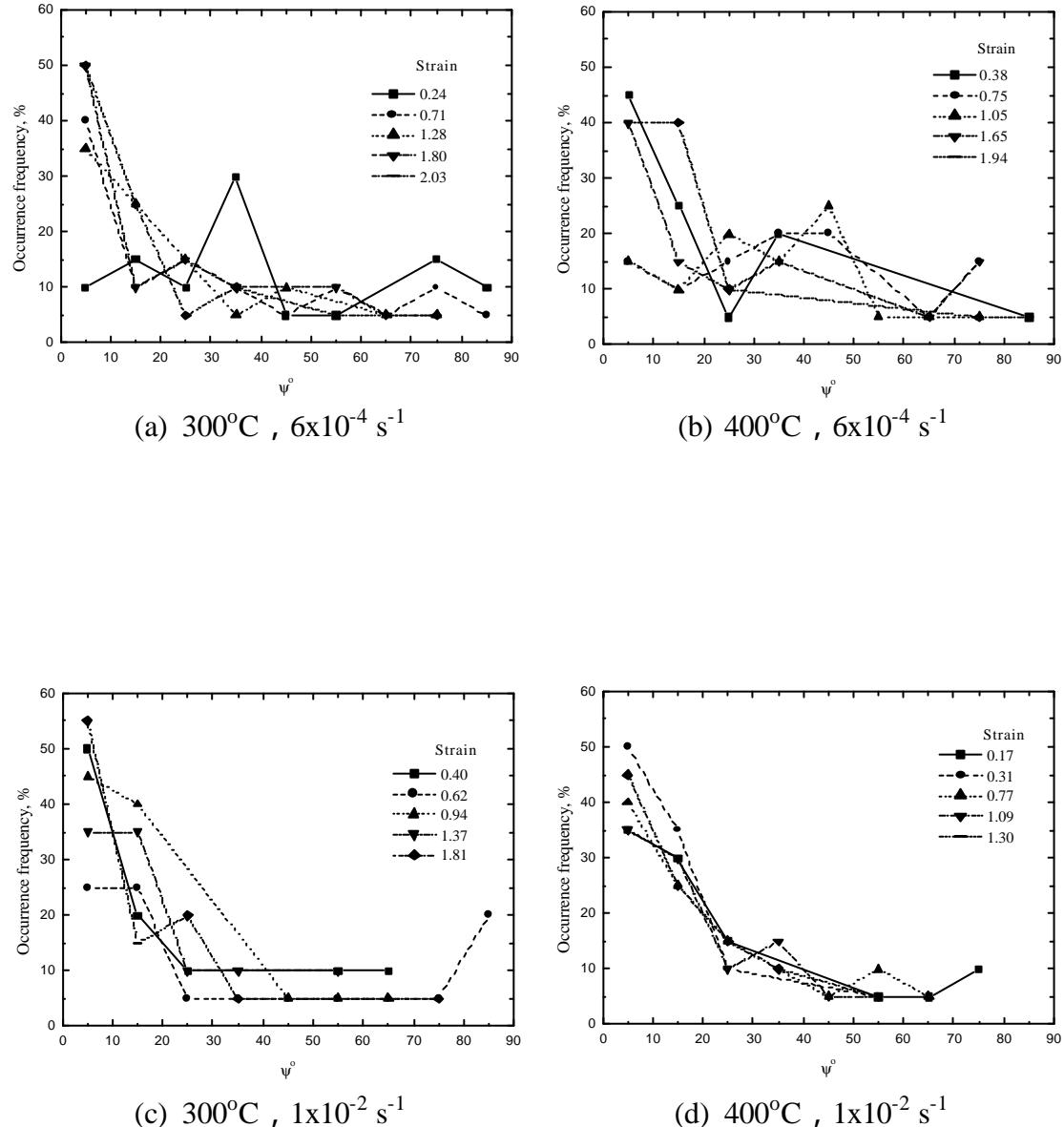


圖 3-29 裂孔尺寸最大前 20 個之長軸與拉伸軸夾角

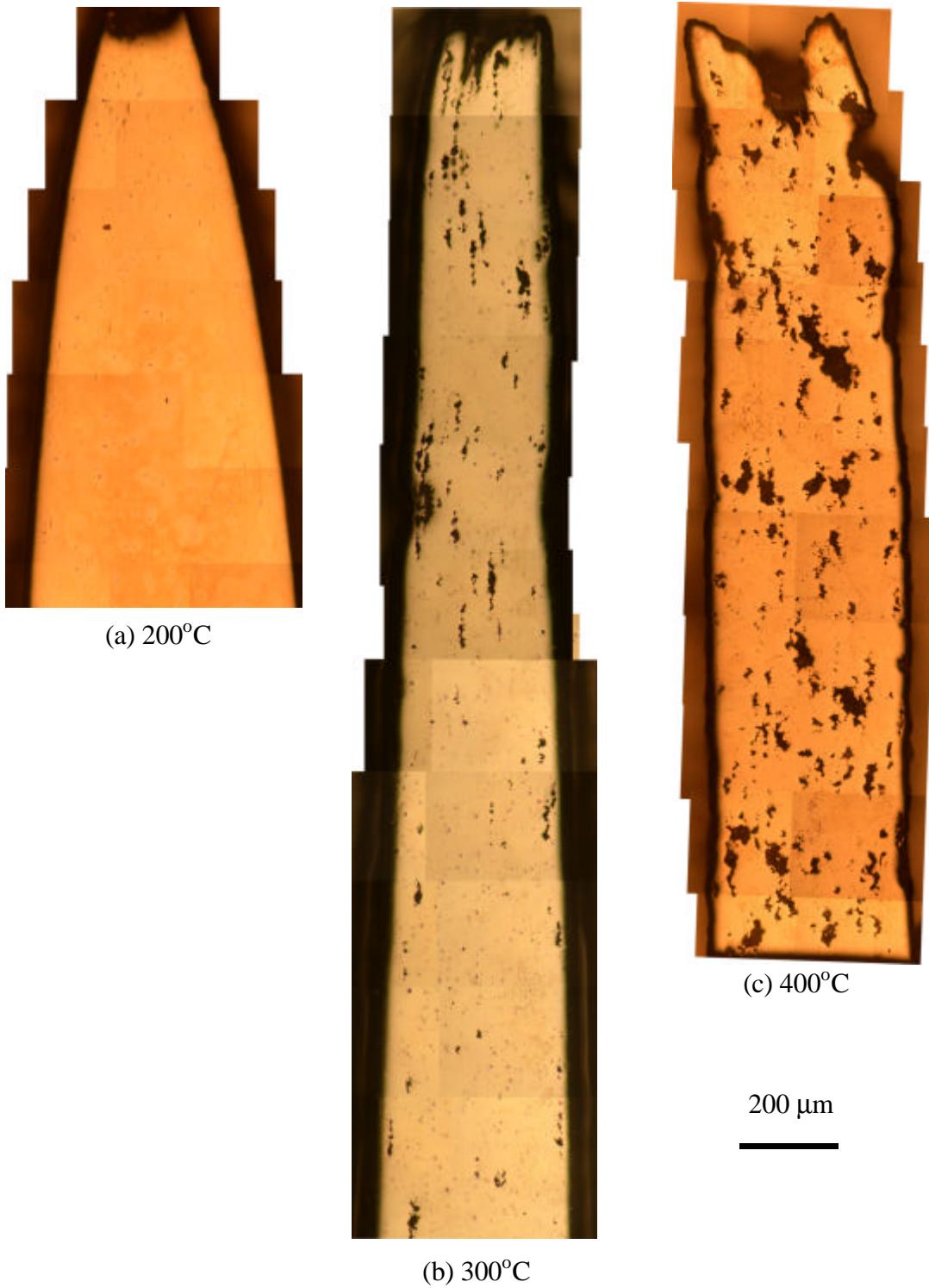


圖 3-30 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 下，AZ31 合金之 E2 試片在不同溫度時之靠近破斷端試片的裂孔化情形

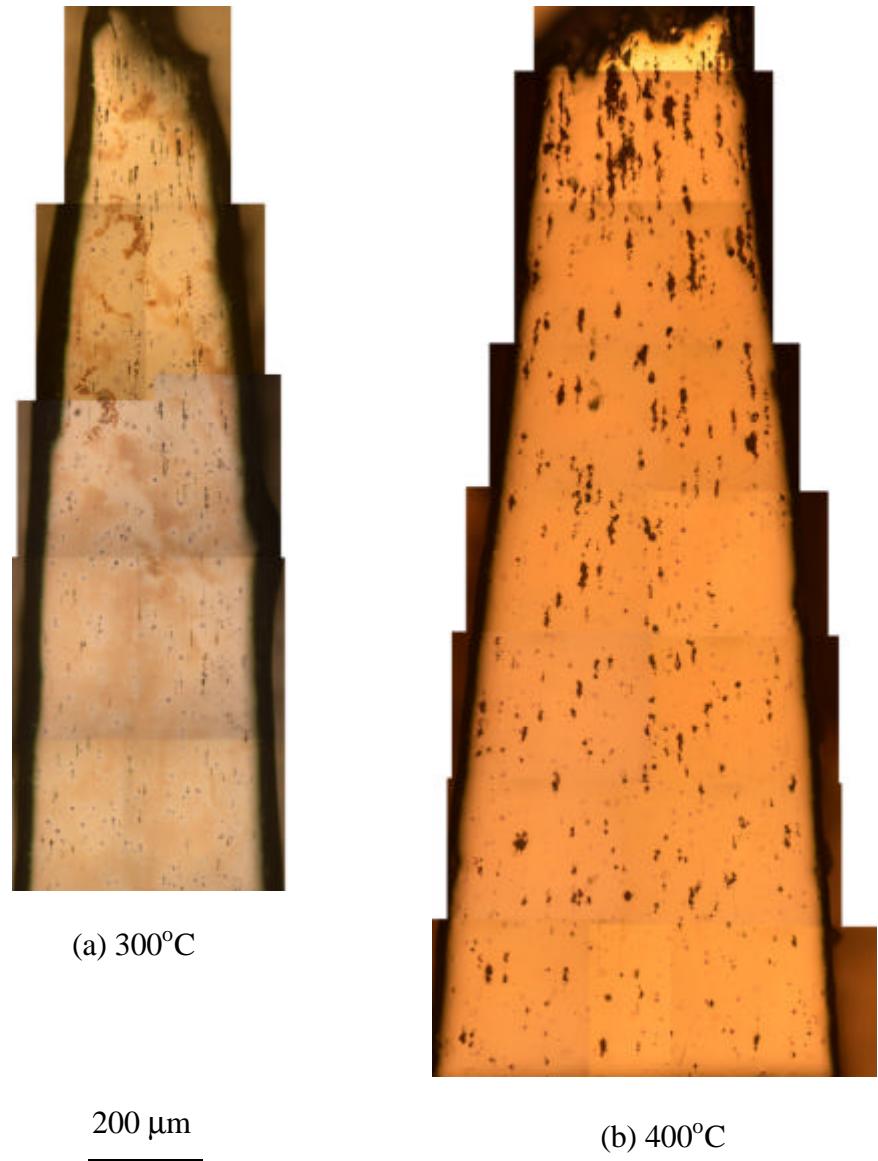
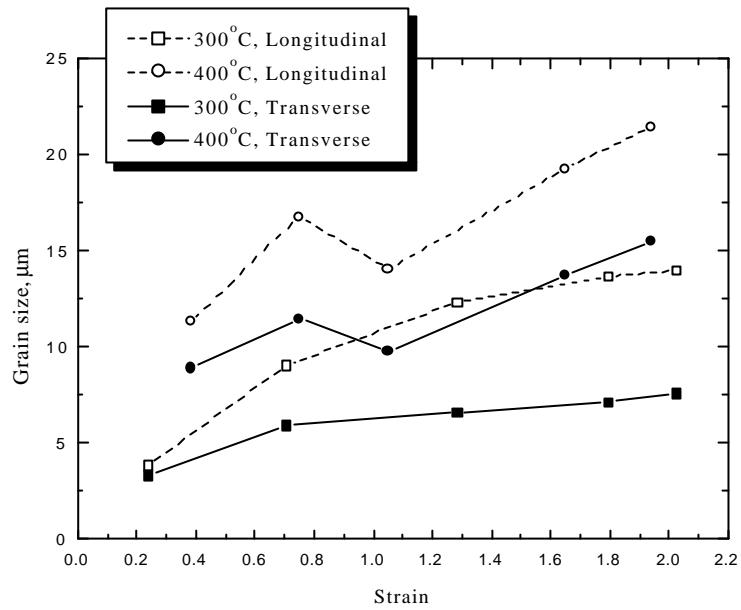
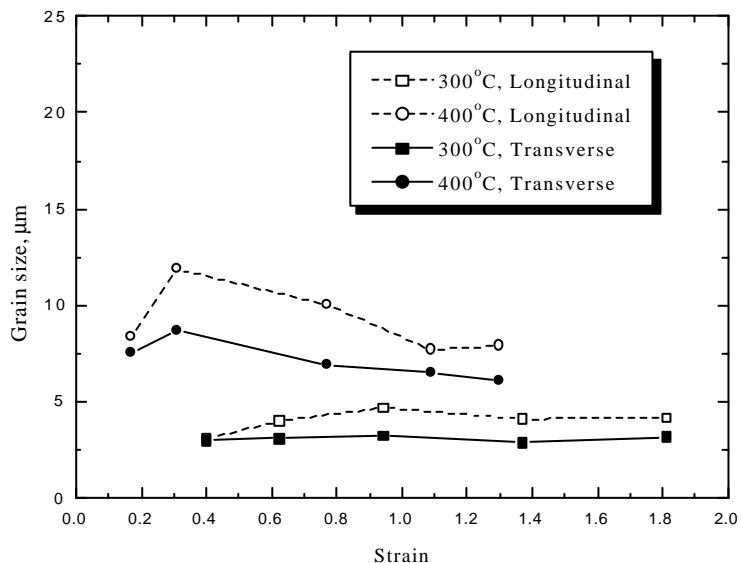


圖 3-31 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 下，AZ31 合金之 E2 試片在不同溫度時之靠近破斷端試片的
裂孔化情形

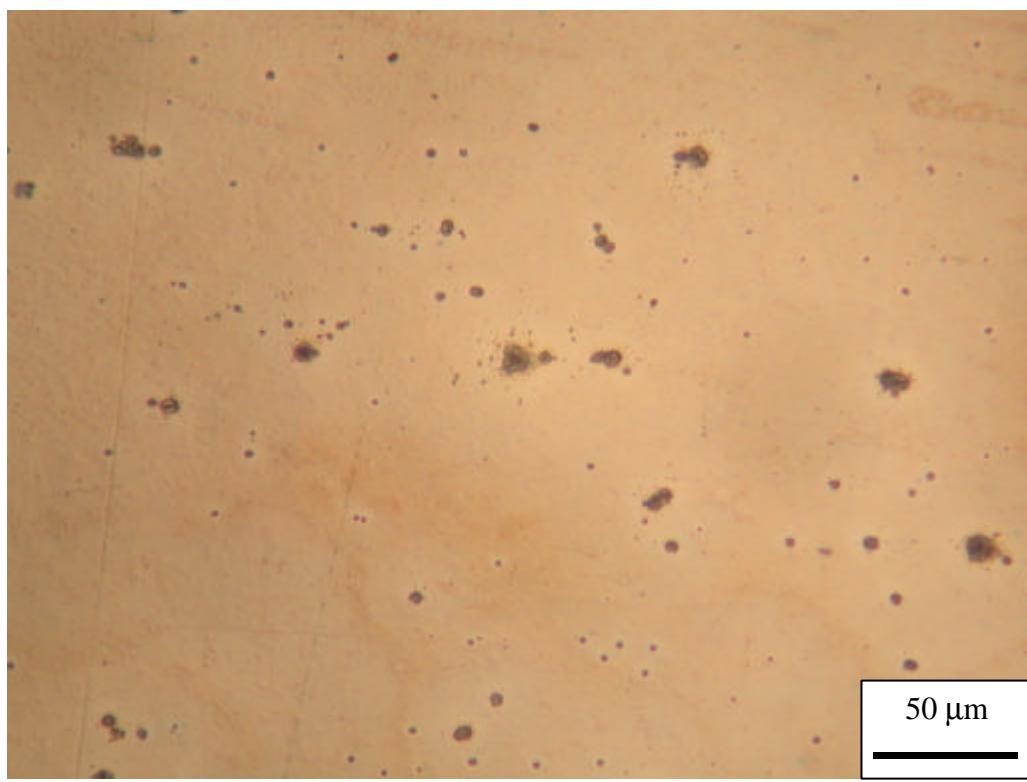


(a) $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$

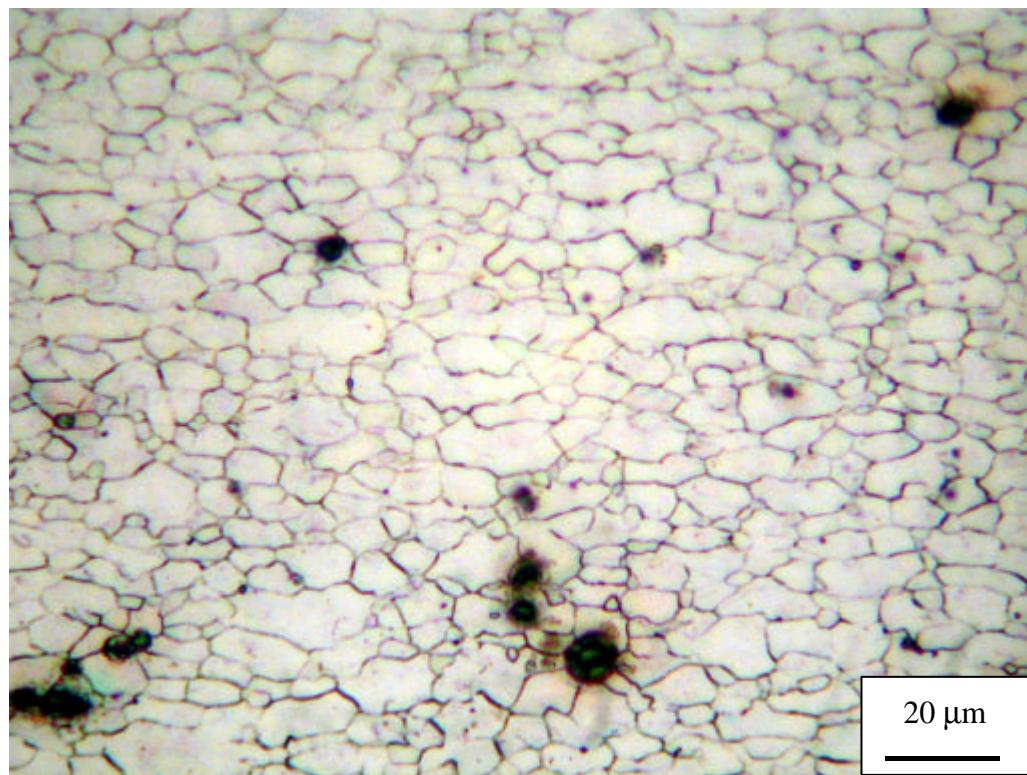


(b) $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$

圖 3-32 AZ31 合金之 E2 試片在超塑變形後的晶粒大小變化情形

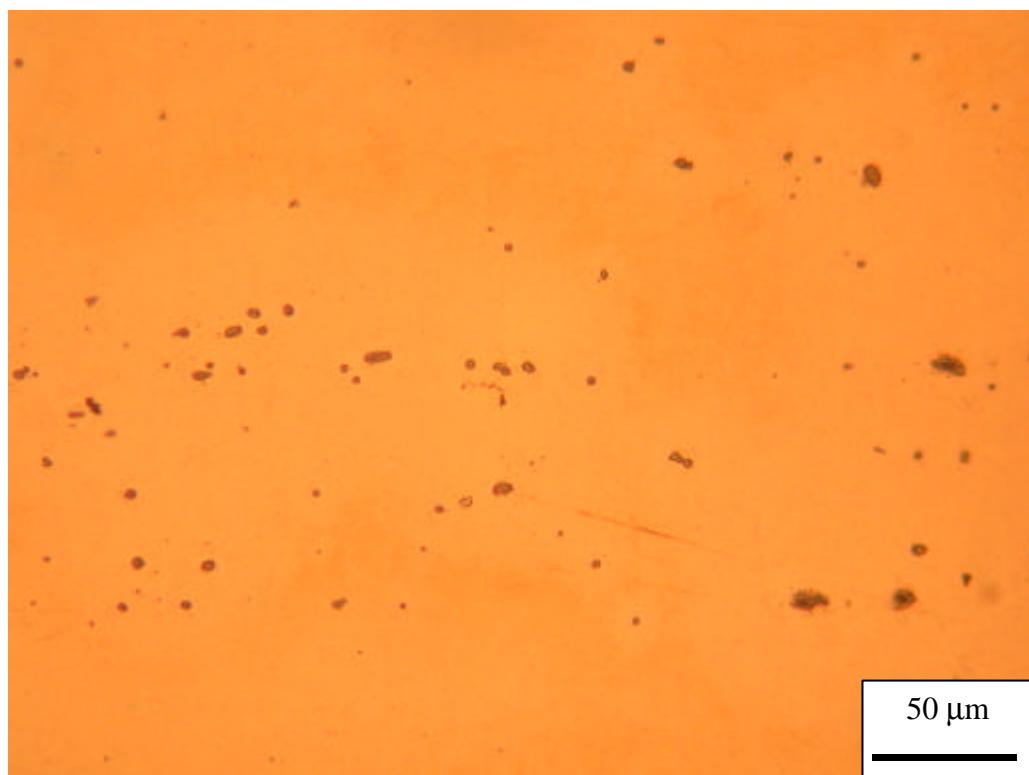


(a) 30-4-3 試片腐蝕前

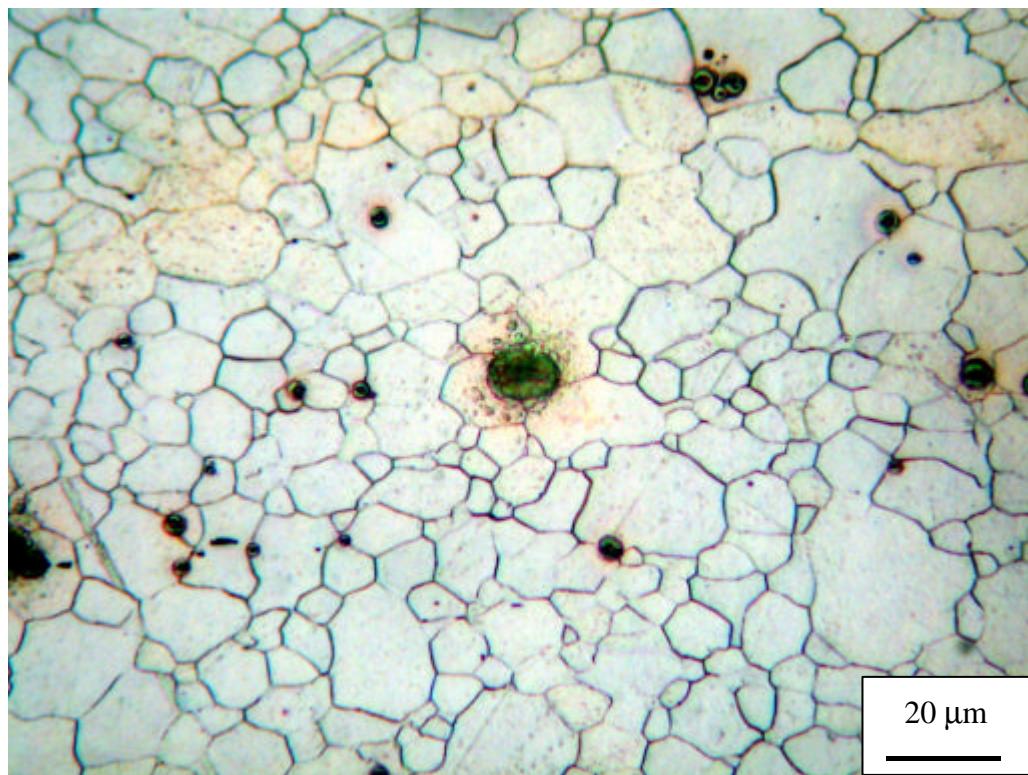


(b) 30-4-3 試片腐蝕後

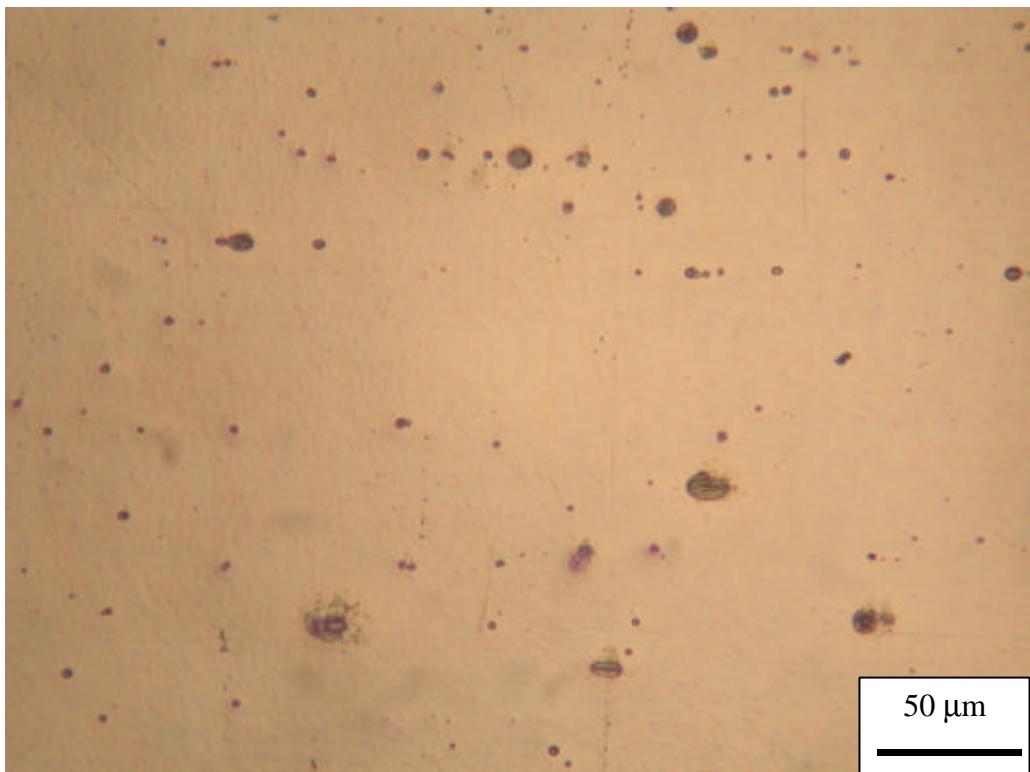
圖 3-33 AZ31 合金之 E2 試片於變形後之試片腐蝕前後的情形



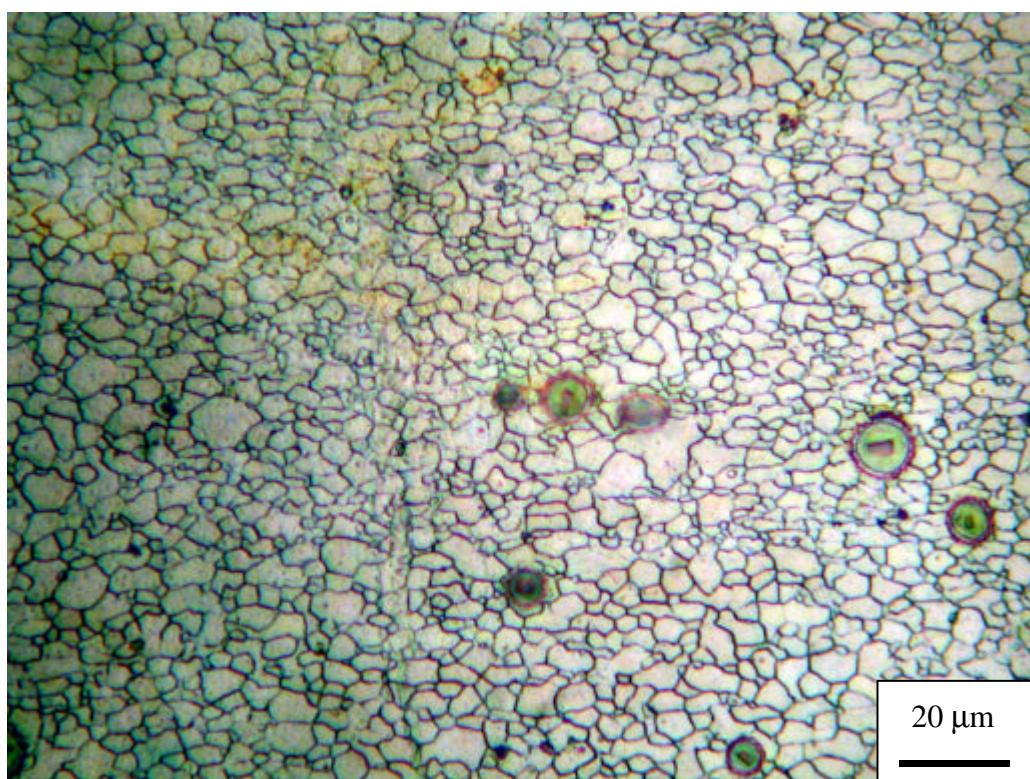
(c) 40-4-1 試片腐蝕前



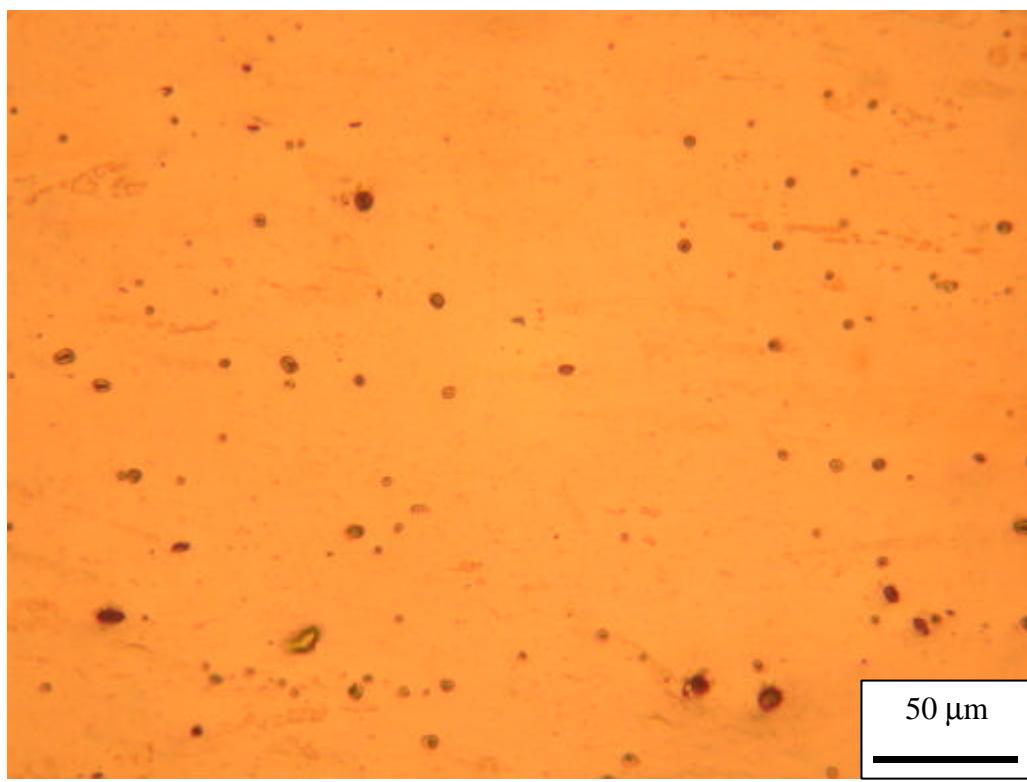
(d) 40-4-1 試片腐蝕後



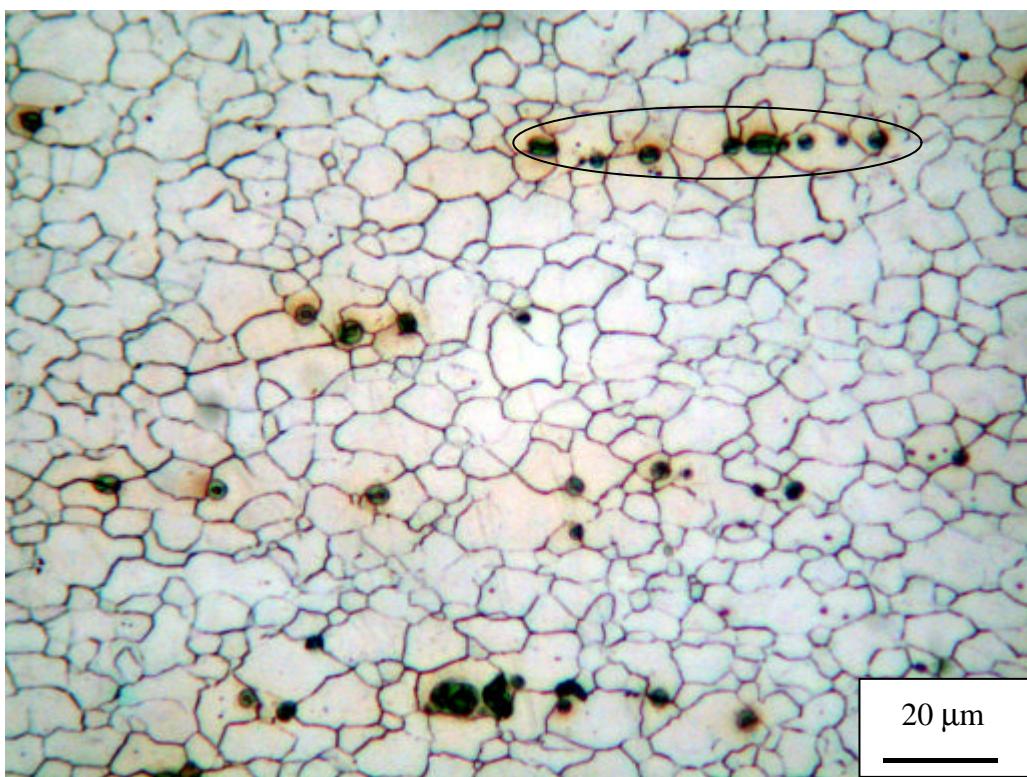
(e) 30-2-3 試片腐蝕前



(f) 30-2-3 試片腐蝕後



(g) 40-2-4 試片腐蝕前



(h) 40-2-4 試片腐蝕後

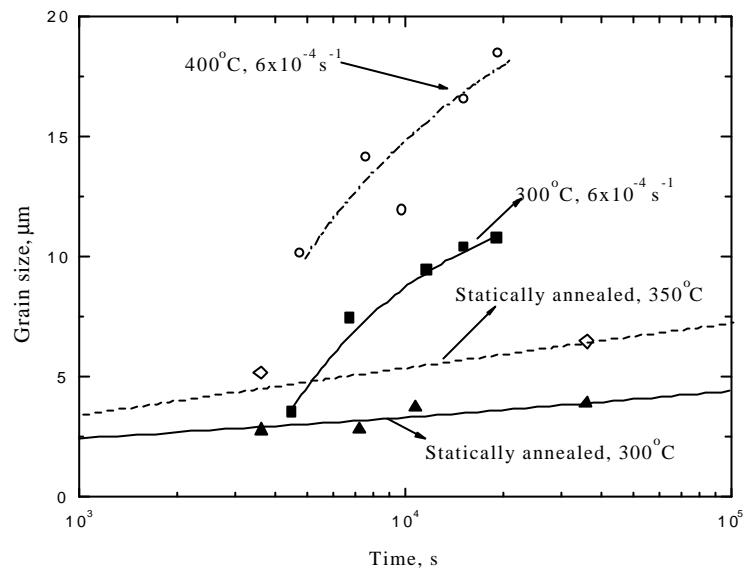
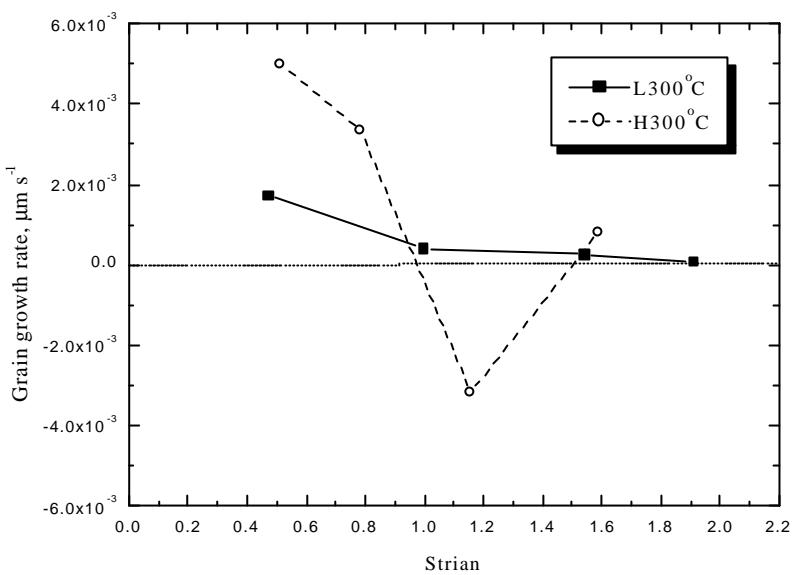
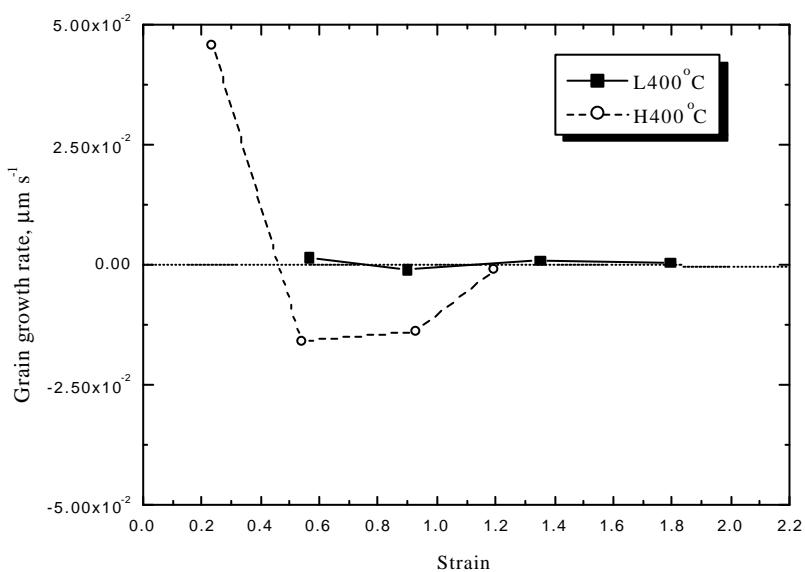


圖 4-1 靜態退火與動態變形之晶粒成長差異圖



(a) 300°C 下



(b) 400°C

圖 4-2 不同應變下的晶粒成長速率之差異圖，其中 L 為 $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, H 為 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$

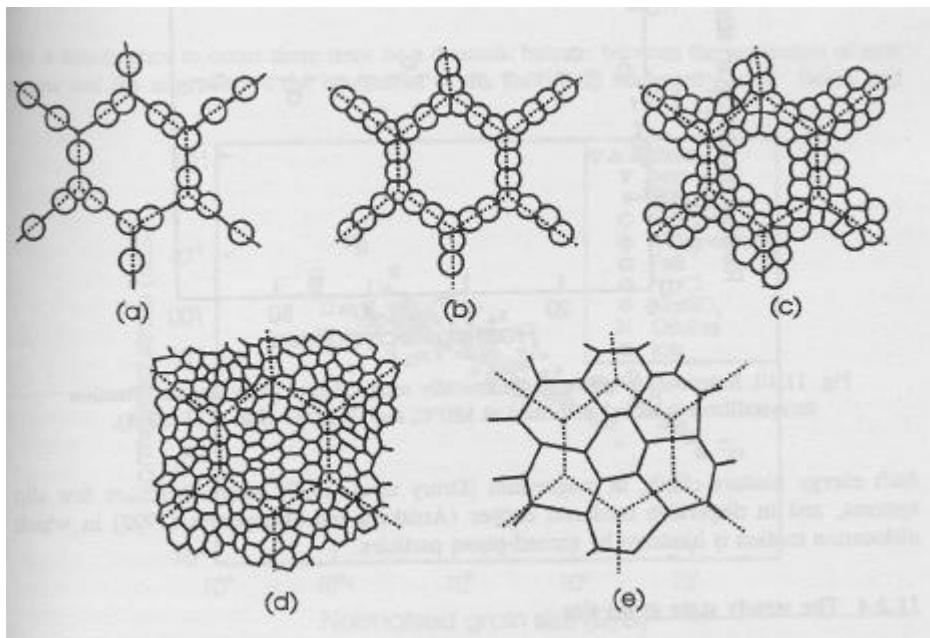


圖 4-3 動態再結晶過程中之晶粒演化情形，(a)~(d)為大的起始晶粒，(e)為小的起始晶粒[55]

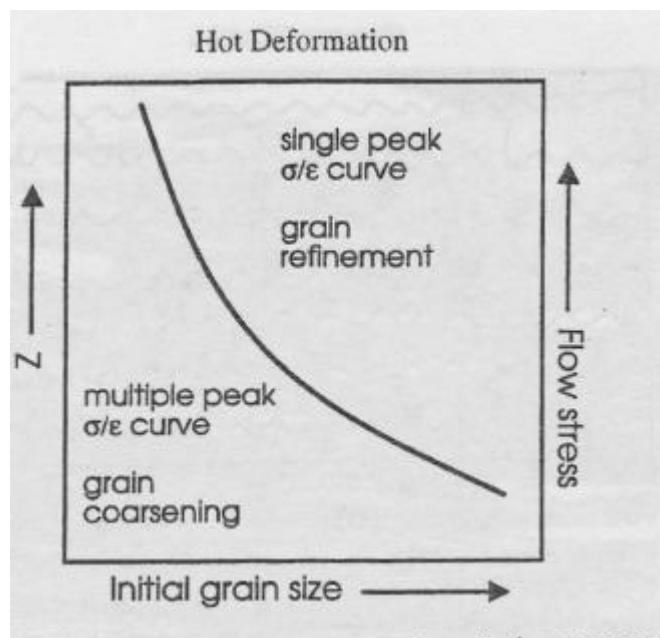


圖 4-4 多峰與單一峰之再結晶之發生條件[55]

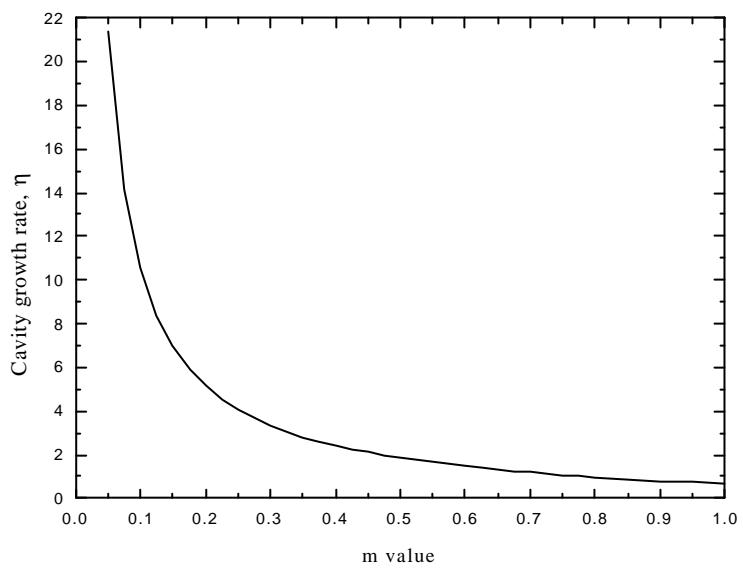
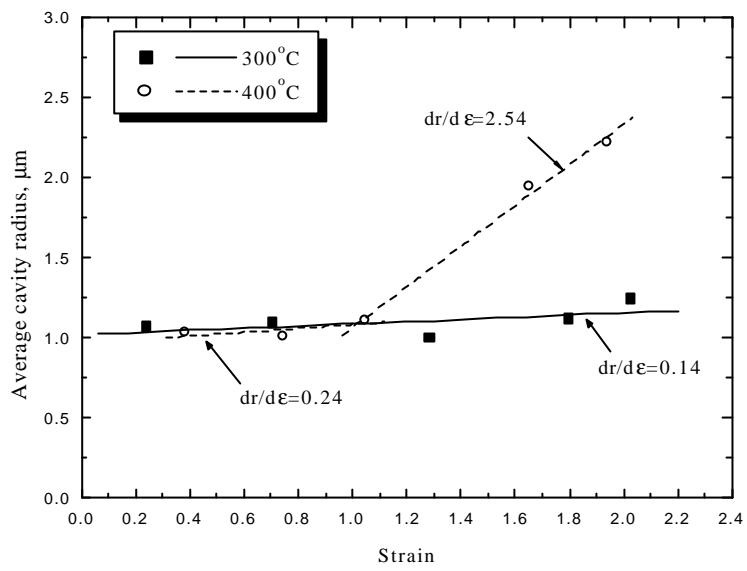
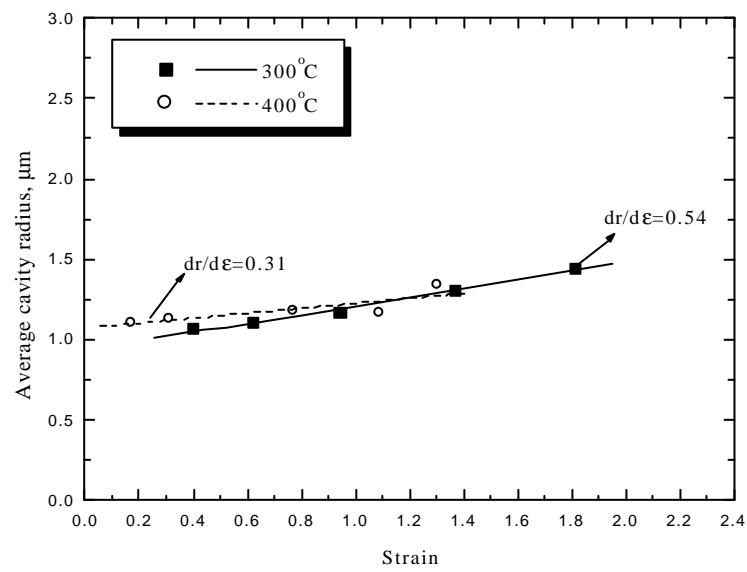


圖 4-5 塑性機構由(12)式所得之理論預測成長參數值



(a) $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$



(b) $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$

圖 4-6 不同變形條件下之平均裂孔半徑變化

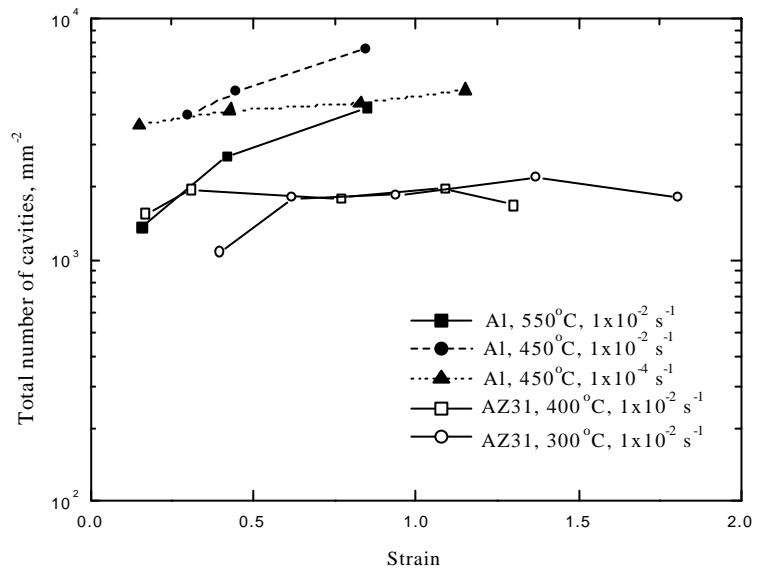
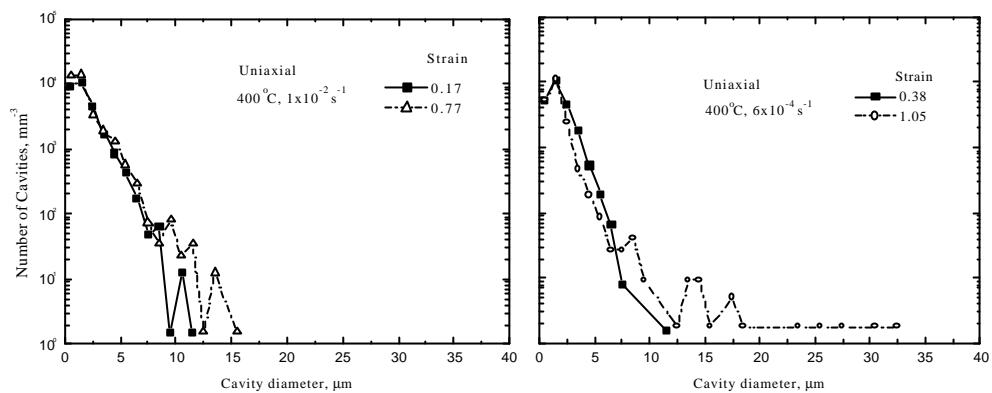
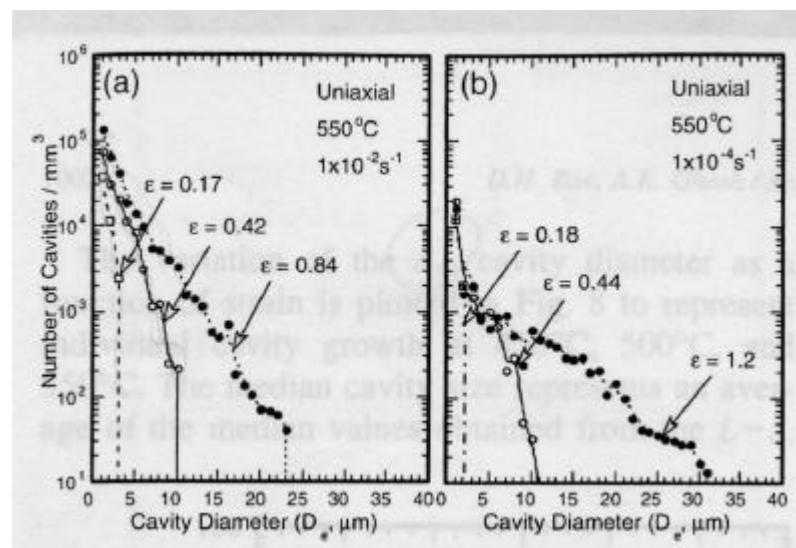


圖 4-7 AZ31 鎂合金與 Al-Mg-Mn-Cu 合金之裂孔數量比較圖



(a) AZ31 錄合金



(b) Al-Mg-Mn-Cu 合金

圖 4-8 AZ31 錄合金與 Al-Mg-Mn-Cu 合金之裂孔尺寸分佈圖

附 錄

新溫度控制器之組成架構

A1 前言

A1.1 組成架構

新溫度控制器是由 4 個 Enuotherm 公司出產的微電腦所組成。實驗所用的 Instron 公司出產的高溫爐，為 3 區加熱的高溫爐，其加熱區的相對位置如圖 A1 所示，有 top 加熱區、center 加熱區以及 bottom 加熱區。而溫度控制則分別由 3 個 2408 型號的微電腦個自分別負責其所控制的加熱區如圖 A2 所示。由實驗者在分別在 3 個 2408 微電腦上輸入所要的實驗溫度，則 3 個微電腦會個自去負責所控制的加熱區以讓高溫爐的溫度到達所要設定溫度。

A1.2 2408 控制器

2408 型號控制器，其具有能加熱、冷卻功能與輸出所量測溫度等功能。然而這些功能都需要其背後的模組插槽的模組卡裝上後才能發揮其功能。實驗室當初所採購模組卡，僅 Logic heating output 與類比訊號輸出兩種功能，而冷卻是採用爐冷的方式。Logic heating output 模組卡是插放在圖 A2 中，實線所圈部分。類比訊號輸出模組卡是插放在圖 A2 中的虛線部份。另外，使用 K type 熱電偶量測溫度，其反映溫度的微弱訊號由圖 A2 中的實虛線處輸入。

2408 型號控制器其控制型態，是採一般 PID 控制(P 是比例放大器，I 是積分器，D 是微分器)。要抓到適合的 PID 參數只要讓其微電腦自己去 Auto tuning，電腦便會自己計算出適當參數。其控制迴路是採封閉控制迴路(closed loop)，由所量測到溫度去計算與設定溫度之間的差值，控制器自己有 PID3 個控制參數去

判斷要畫出多少功率以達設定溫度，又或者不要輸出功率以降低溫度。

A1.3 2116 控制器

2116 型號控制器，其未具有控制高溫爐加熱的功能，其僅做為一個警示器的功能以及停止溫度控制器繼續輸出功率給高溫爐的功能。2116 控制器具有切斷 Solid state relay 與高溫爐之間的 K1 電源開關功能使其無法繼續加熱，位再圖 A3 的實現位置。

A2 尋找恆溫區位置及大小

A2.1 热電偶之擺放位置

了解上述控制器如何去控制爐溫的原理後，可以了解到控制器是如何控制爐溫，即熱電偶量測溫度並輸入訊號，控制器計算要輸出多少功率以達到溫度，如此反覆運作最後達到恆溫的功能。這有一非常重要的關鍵點，就是要量測的位置要在控制器所負責加熱區的位置，如果輸入訊號的熱電偶擺放的位置沒有位在適當則很難達到設定溫度以及均溫。

A2.2 摆放位置 1

一開始熱電偶擺放在彼此間隔較寬的位置如圖 A1 中右邊所示，其全長約 20 cm 左右。如此放法會使 center 加熱區的溫度一值恆大於兩端的 top 與 bottom 加熱區約高 9~10° C 左右，即使中間加熱區不加熱，center 加熱區依然無法降低溫度。其整個升溫過程的溫度紀錄如圖 A4 所示。

A2.3 摆放位置 2

由於擺放位置 1 會有如此大的溫差出現，這對於超塑性實驗所要求的溫差要在正負 2° C 有一差距。所以筆者嘗試將彼此間的間隔縮小到全長只有 9 cm，並將量測溫度的熱電偶擺放在所製作測溫板上，其未在夾具旁，示意圖如圖 A5 所示。如此其溫差便呈現所要求正負 2°C 以內，其升溫過程如圖 A6 所示。此外為

了確定此均溫區是否真均溫，在試片擺放位置另外用其他熱電偶量測，其溫差真在正負 2°C 以內，量測結果整理在表 A1 中。從量測結果顯示，其高溫爐所營造出的良好均溫區約 9 cm 長，如果在拉伸過程中，試片長度超過此一均溫區便開始出現超過正負 2°C 的溫差。

表 A1 恒溫區溫度量測結果

量測位置	T	1	C	2	B	A
量測溫度	280	279	282	280	277	268

恒溫 2 小時

量測位置	T	1	C	2	B	A
量測溫度	280	278	282	281	277	267

恒溫 3.5 小時

附註：設定溫度 280°C ，其量測位置如圖 A5 所示。

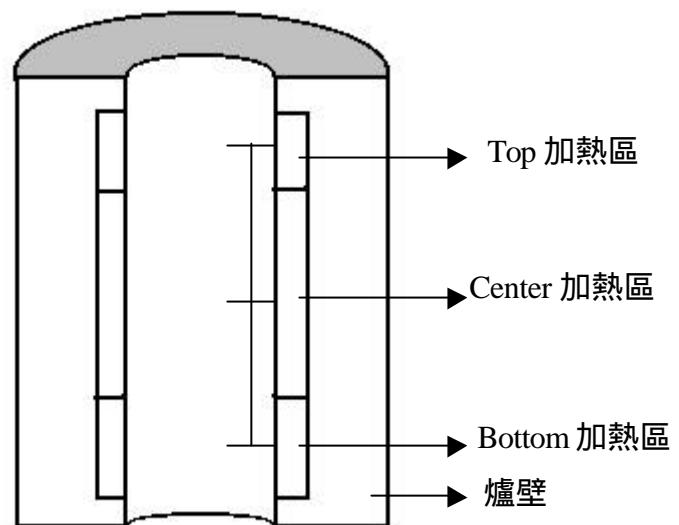


圖 A1 高溫爐三區加熱之示意圖

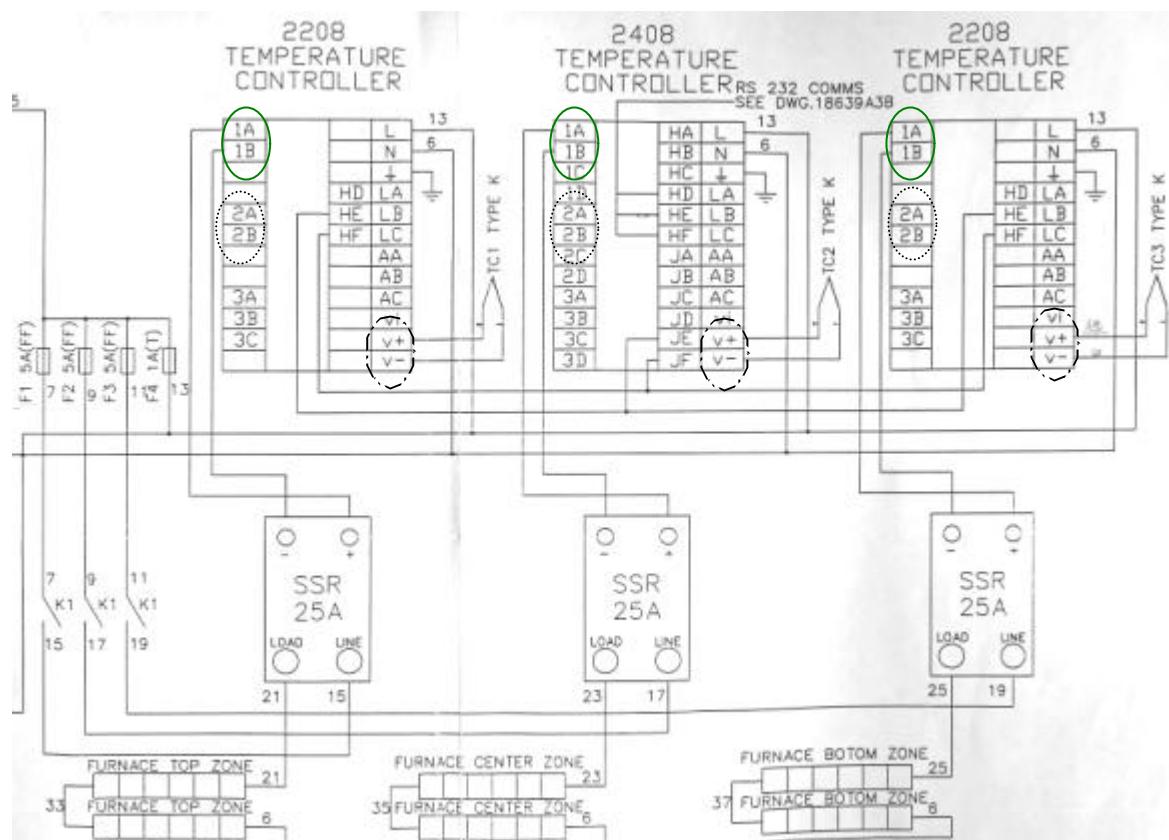


圖 A2 2408 控制器與實體高溫爐之間線路關係

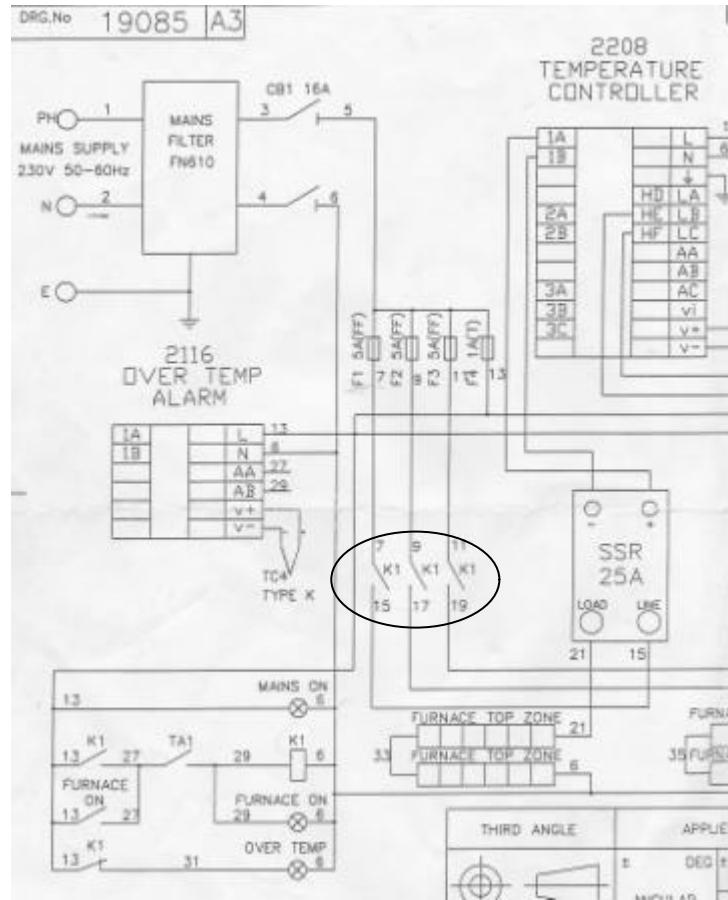


圖 A3 2116 控制器與實體高溫爐之間的線路關係

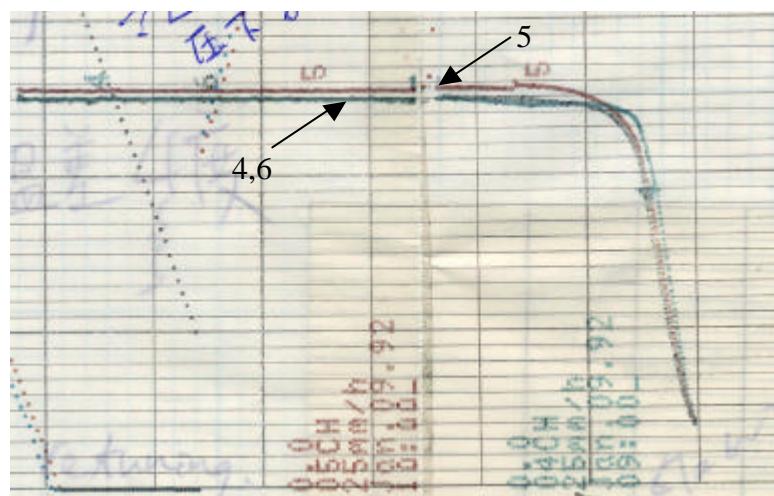
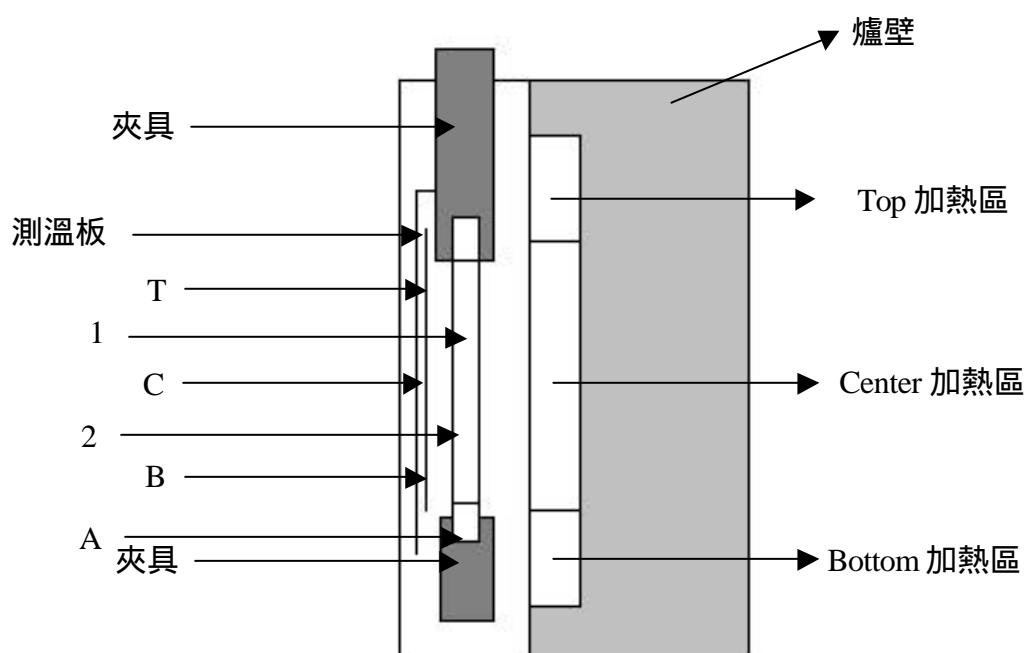


圖 A4 擺放位置 1 之升溫過程，其中 4 為 T 點量測溫度，5 為 C 點量測溫度，6 為 B 點量測溫度



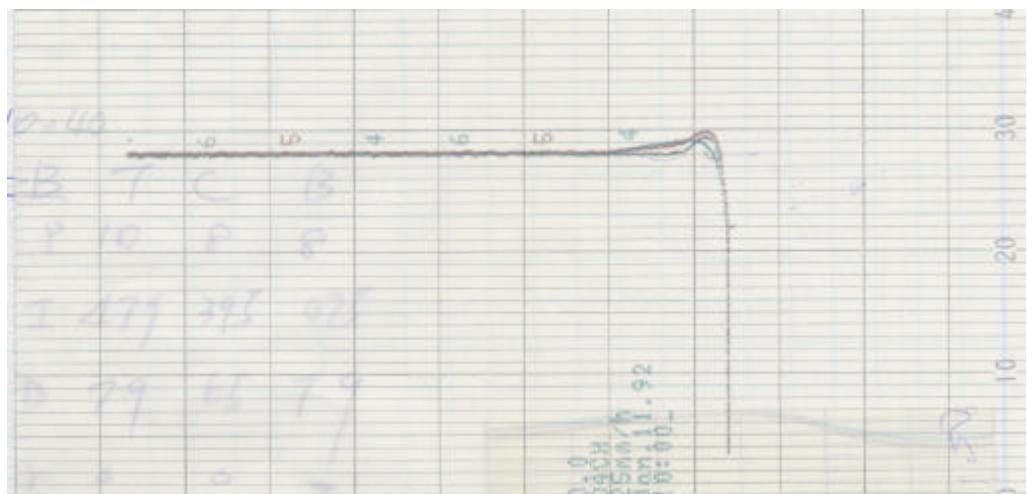


圖 A6 擺放位置 2