# 第一章 研究背景與說明

1.1 鋁合金之超塑性

1.1.1 超塑性之簡介

某些材料在適當條件之下,其變形行為會如高溫玻璃或口香糖 般,在斷裂前可以拉伸數百甚至數千個百分比,此行為稱之為超塑 性(superplasticity)現象[1]。近年來,在工業界嘗試使用此一超塑成形 (superplastic forming, SPF)技術來開發工業產品,目的在於開發一體成形 之製程,以減少成形後回彈變形之問題,亦能減少鉚接所產生之應 力集中現象,因而減少工時,增加產量,以降低產品之成本,進而 達到經濟之效益。

一般超塑性質會發生於材料具有較大之應變速率敏感度(m值) ,或具有細晶結構。其變形機構主要是以晶界滑移(grain boundary sliding, GBS)為控制機構,另外伴隨一些補償機構,如原子擴散,或 差排活動等。由於超塑形變需要靠大量的晶界滑移,所以開發細晶 材料(增加晶界表面積)成為超塑性質之主要發展方向。

1.1.2 超塑性鋁合金的起源與運用

鋁基材料經過特殊熱機處理(thermomechanical treatments, TMT)之後, 會有較佳之超塑行為。在1975年左右,美國Rockwell公司就曾針對航 空用7475 Al-Zn-Mg合金發展出一套超塑性材料開發的專利[2,3],並且 運用在飛機的零組件上,當時鋁合金超塑性均是屬於高溫(500℃上 下)與低速(2x10<sup>4</sup> s<sup>-1</sup>上下)之適用條件。由於鋁合金質輕,密度小,延 展性 (ductility)佳,利用超塑成形之技術,相當適合發展於航太工業 ,但因鋁合金除非在真空或極乾淨之惰性氣體中,否則不利於擴散接合(diffusion bonding, DB),所以超塑成形與擴散接合(SPF/DB)複合技術之可行性便受到限制。

在 1984 年 時 , Nich 等 人 [4] 發 展 鋁 基 之 複 合 材 料 , 在 超 細 晶 粒 結 構下,以較高之應變速率(1x10<sup>-2</sup>s<sup>-1</sup>以上)呈現超塑行為,稱為高速超 塑性 (high strain rate superplasticity, HRSP), 目的在使產品成形速度增快, 預期能發展於運輸之汽、機車工業、日常用品、運動器材與電子工 業等商業化市場,以改善傳統金屬工業之生產技術。舉凡在運輸方 面,汽車之零組件包括柴油引擎活塞的頂耐磨環槽(top ring groove)、 煞 車 輪 盤 (brake rotor discs)、 煞 車 鼓 與 煞 車 片 、 引 擎 排 氣 歧 管 (exhaust manifold)、拖架、傳動軸、汽缸套及搖臂桿(rocker arm)等[5],機車則 有山葉(Yamaha)機車之後輪避震器,主要來自於日本Mitsubishi Aluminum 公司研發之顆粒型鋁基複合材料[6];在運動器材方面,有碳化矽纖 維或氧化鋁顆粒強化之鋁基複合材料所製成之自行車架、碳化矽纖 維強化之鋁基複材經擠型而成之高爾夫球桿頭、氧化鋁基纖維強化 型鋁基複材所製成之網球拍與望遠鏡架等[5];在電子方面則有電子 零件之散熱體(heat sink)及碳化砂鋁基複合材料之電子構裝等。之後 也有多位學者對於鋁基複合材料大感興趣,亦各有其發展,本實驗 室也曾有相關的研究[7,8],而且也繼續進行研發中。

值得附帶說明的是,目前產學界均在大力研發細晶粒材料,尤 其是銘材,其目的有多重,或是增加室溫之強度韌性,或是改善室 溫之加工性,或是發展新的物理機械性質,或僅是作新材料之學理 探究,並不限於超塑性之研發,但是我們發現,超塑性之表現常是 檢視這種細晶粒機性的最嚴格指標。

像先前本實驗室[7,8]嘗試6061/15vol%SiC<sub>p</sub>與2024/15vol%SiC<sub>p</sub>銘基複材,經各種製程改善後,前者6061複材之室溫性質從初期之抗拉強度(UTS)120 MPa與拉伸率(e)1%,改善到後期之UTS為460 MPa與e為10%之可觀成果,後者2024複材也提昇到UTS為570 MPa與e為4%,但

雨者超塑性仍不甚理想,僅約為250%上下,因內部SiC顆粒分佈仍 不完全均匀,晶粒大小分佈因此也仍不是高度均匀,會在某些較大 晶粒或數個SiC顆粒中產生裂孔斷裂。是故研究細晶粒超塑性,尤其 是高速或低溫超塑性,可以算是以最嚴厲的方法來評估細晶之分佈 程度與其溫度穩定性,是很有意義的研究。

1.2 微觀組織

1.2.1 晶粒尺寸

晶粒的大小對鋁合金超塑性的發展佔有很重要的地位,尤其是 高速超塑性。這可由超塑性流和滑移潛變的機構方程式[9]表示:

$$\mathscr{S} = ADd^{-p} \left(\frac{\sigma}{E}\right)^n \tag{1}$$

其中 & 是應變速率,A是材料常數,D是擴散係數,d是晶粒尺寸, p是晶粒參數(通常為2~3),σ是應力值,E是彈性模數,n是應力指 數,且n=1/m,m為應變速率敏感度(strain rate sensitivity)。由方程式可以 看出,當晶粒越小,超塑性之應變速率就會增快,圖1-1是針對鋁合 金不同晶粒尺寸所得到的變形量與應變速率關係圖[10],當顆粒越 小,曲線越靠右邊,也就是越向高速率區發展。

1.2.2 第二相之特性

對於鋁合金超塑性的要求,固然晶粒的尺寸是重要的,但通常 超塑性的發展溫度很高,約大於0.5 T<sub>m</sub>(T<sub>m</sub>指材料之絕對熔點溫度), 在高溫的情況下,晶粒成長非常快速,此時晶粒的成長需要受到限 制,否則晶界滑移將不易進行。為了抑制晶粒成長,存在晶界上的 第二相或顆粒就有其必要性。一些材料,如Al-Ca [10], Zn-Al [11], Ti-Al [12] 等均具有兩相的結構,兩相間會彼此抑制晶粒成長。另外也 可以加入一些合金元素(如:Zr, Mn, Sc, Cr等),使其與母材生成 顆粒析出物 (precipitates or dispersoids),如鋁合金的 Al,Zr, Al,Sc, Al,Fe等 ,存在晶界上或三晶點(triple points)交界處時,亦能抑制晶粒的成長 。如果第二相比基材硬,則第二相必須細小,而且均匀分佈於基材 上,如此,在超塑流變時的裂孔現象(cavitation),會因為細小顆粒附 近所發生的回復 (recovery) 機構而受到抑制。 Chung 和 Cahoon [13] 就證實 細 小 的 Si particles 確 實 比 大 顆 粒 更 能 使 Al-Si 合 金 在 超 塑 流 變 時 抑 制 裂 孔的生成;Brown 等人[14]則認為複合材料隨強化顆粒尺寸的減小, 其降伏強度和極限拉伸強度均會提升;Lin等人[15]在研究其碳化矽 顆粒之鋁基複合材料時發現,其破壞韌性隨碳化砂顆粒之含量增加 而提升,但當強化顆粒之含量超過10 vol%後,顆粒容易聚集,導致 顆粒中存在孔隙(porosity),使裂縫易於孔隙處孕核(nucleation)與生長 (growth),進而使得破壞韌性明顯下降。

### 1.2.3 晶界的結構

超塑性之主要變形機構為晶界滑移,所以為了有助於晶界滑移 的順暢進行,兩晶粒間的區域便需要具有高能量,也就是要高角度 (high angle)或是無序(disorder)的結構。Monzen 等人[16] 曾發現在晶界上 的原子排列越亂,則越有助於晶界的滑移;此外,如果晶界上有析 出物的生成,則會阻礙晶界的移動性,如果晶界的不規則,如ledge 等,亦會影響其滑移。

除了上述結構上的效應外,晶界的化學組成亦是影響移動性的因素。一個異質相(heterophase)的晶界,亦即兩晶粒間有不相似的化學組成,比同質相(homophase)的晶界移動性更佳。晶界的移動性如果

受到限制,晶界滑移時,在晶界三叉點處將會造成應力集中的現象,使得裂孔成核(crack nucleation),而使材料提早斷裂。

1.2.4 裂孔現象

在超塑性流中,裂孔現象常出現於破斷面處,人們有興趣於應 變對裂孔產生的影響,如圖1-2,此關係圖是機械合金(mechanical alloying, MA)材料IN9021 (Al-4.0wt%Cu-1.5wt%Mg-1.1wt%C-0.8wt%O)合金與 複材在不同應變下所得到的裂孔 體積比。隨應變增加而改變的裂孔 量可由以下關係[10]表示之:

$$C_{\nu} = C_{\nu \rho} \exp(\eta \varepsilon) \tag{2}$$

此處 C,指裂孔 體積比, ε是塑性應變量, C, 是起始裂孔體積比, η 則是裂孔成長率參數, 對一般超塑性鋁合金而言,通常其值約為2 到4之間。由圖 1-2亦可看出,不同應變速率,裂孔增加量有不同的 結果,通常速率越快,應力水平愈高,裂孔的增加趨於明顯,圖 1-2 中也顯示,合金的裂孔增加速率較複材慢許多,這主要是因為複材 中有顆粒(particulates)或鬚狀(whiskers)之異質強化物,容易造成應力局 部集中而產生小裂孔,在不同材料的裂孔成長率參數會不同,Chan 和 Tong [17] 就針對具有超塑性的合金與複合材料做過此方面的研究報 告。表 1-1 [18,19] 中列舉 MA 材料和粉末冶金 (powder metallurgy, PM) 材料 及其複材對於裂孔成長的相關參數之比較,藉此可以解釋上述之不 同處。

此外,溫度的效應也能影響裂孔的行為,圖1-3中兩曲線表示,在高溫(550℃)時,IN9021合金隨應變增加,其裂孔的體積曲線較為緩和,在較低溫(450℃)時,其裂孔成長明顯快速,這主要歸因於液相(liquid phase)的產生,此材料的熔點溫度為481℃,所以高溫的測試已超過此熔點溫度,此時液相會生成於晶界間,因此在晶界滑移

時能夠降低局部應力(local stress),所以能夠減少孔洞成核速率[10]。

### 1.3 細晶粒鋁合金配製技術之發展

在二元系鋁合金的配製方面,近年來多有發展,尤以Al-Mg系 較為普遍。 1993 年, Wang 等人 [20, 21] 即針對 Al-3%Mg 固溶合金次晶粒 對微觀組織與延展性的探討,經過加工後所產生的次晶粒為0.2 µm ,在低温(130 ℃)低速(1x10<sup>-5</sup> s<sup>-1</sup>)下會有170%的變形量,但發展至高速 時延性就不甚理想,但因測試溫度相當低(~0.43 T\_\_),所以晶粒成長 非常緩慢,其應力指數高達7-8,所以推究其變形機構應為power-law breakdown。 1995 年, Verma 和 Ghosh [22] 研究商業性便宜的 5083 鋁合金 (Al-4.7%Mg-0.7%Mn),經熱機處理而得到4µm的次晶粒,另外也從TEM 的觀察中,發現板狀散佈顆粒AlaMn,但在高溫機械測試的結果並沒 發現AlMn顆粒具有牽制晶粒成長的現象,儘管散佈情況是均勻的, 其測試溫度與應變速率範圍分別為500-565℃與3x10<sup>-5</sup>-1x10<sup>-2</sup>s<sup>-1</sup>。次年, Friedman 和 Ghosh [23] 同樣針對 5083 鋁材做研究,以7 µm 的晶粒進行 550 °C , 8x10<sup>4</sup> s<sup>-1</sup> 測 試 , 即 有 300% 的 延 展 性 , 在 高 速 (1x10<sup>2</sup> s<sup>-1</sup>) 下 也 有 150% 的變形量,甚至以two-stage (1.2x10<sup>-2</sup> s<sup>-1</sup> → 8x10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>)的方式拉伸可以高達 470%的超塑性,顯示出此材料具有高溫低速的傳統超塑性質。基於 此特性,日本工業界之SKY 鋁業公司也嘗試對於 5083 鋁合金的研究 [24]。 Patankar 等人 [25] 就針對 SKY 鋁業公司所製造的 5083 鋁合金為研

究材料,發現此材料在高溫下測試,速度由低速104 s1 到高速101 s1 的 範圍內,伸長率不會因速率的改變而有強烈的變化,在400℃,1x10 4 s1下有280%的變形量,而在500℃,1x101 s1下,約有相近的伸長率 ,在高溫的情況下,動態再結晶所導致的動態應變軟化即成為應力 與應變曲線下的主要特徵,在微觀組織觀察下,動態再結晶即出現 在晶界的三叉點(triple junction)上,m值為0.3顯示變形行為是solute-drag creep,這類高溫變形機構將於1.6節中進一步說明。另外,Hong [26] 則是將AI-Mg合金架構出溶質強化圖(solute strengthening map),讓我們可 以更簡單的區分出應變速率與溫度所組成的形變區,而進一步了解 不同區所代表的材料特性表徵。

對於Mg合金元素的含量也是學者對於研究超塑性的興趣所在 [27-29],Woo等人[27]嘗試Al-5.3Mg,Al-7Mg和Al-11Mg三種合金分別進 行Mg濃度對Al-Mg合金超塑延展性的研究,對於此三種合金,solutedrag creep為其速率控制機構,但隨著Mg濃度與溫度的增加,速率控 制機構可能轉換成差排爬昇潛變。此三種合金以Al-7Mg合金有較好 的超塑性,在450℃,1x10<sup>2</sup> s<sup>-1</sup>時有350%的伸長量,即使在高速(1x10<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup>)時,Al-7Mg和Al-5.3Mg也有250%的變形量,顯示Al-Mg系有發展為 高溫高速(HT&HRSP)的能力。

此外,Taleff 等人 [28] 亦曾針對 solute-drag creep 以二元 (binary) Al-Mg 合金,與添加合金元素的三元系 (ternary system) 鋁合金做一些比較性的 探討。三元系的合金元素有 Mn 和 Zr 兩種,分別與二元系的 Al-Mg合 金以鑄造方式製成,在二元系的 solute-drag creep 中,晶粒大小的影響 不是很明顯,而m值約為 0.29 到 0.32 之間,伸長率不隨 Mg 含量的多寡 而有明顯的變化,其變化量約可達 300%,而且最後是由頸縮 (necking) 所造成的破壞。在三元系中,他們發現添加合金元素 Mn 和 Zr,反而 不利於高溫延展性的發展,當合金元素加入量增加時,使得裂孔量 亦增加,尤其是當 Mn 的添加量超過其在 Al-Mg系的溶解度時,甚至 轉變其破壞機構,由頸縮控制機構轉變成空孔造成的破壞機構,這 主要來自於第二相顆粒量的增加。

在1991年, Valiev 等人 [30] 就曾針對 Al-4%Cu-0.5%Zr 的鑄造鋁合金 與一些商業用鋁合金經過一些熱機加工過程後做比較。從穿透式電 子顯微鏡TEM 的照片可知經過大量變形的結構,其晶粒大小約為0.2  $\mu m$ ,影像的結果顯示:一、沒有差排出現在晶粒內,但從模糊的輪 廓可知具有相當的內應力 (internal stress);二、在 boundary 間沒有明顯的 條紋對比,呈現低角度的關係 (low-angle relationship),這些 fragment boundary 跟內應力的存在有關。這種現象在經過高溫的退火 (annealing 220℃,1hr)處理後,會得到高角度的晶界結構,此現象類似一般商 業性的鋁合金。

1998年, Kim 和 Shin [31] 研究鑄造製程的 Al-7%Mg-1%Fe 合金, 其 對比於 Al-7Mg 系合金的不同處在於 能產生短纖狀 (short fiber-like) 的 Al,Fe 散佈顆粒,其大小約在3 µm 以內,從 TEM 的照片亦可看出此次晶粒 在基材上散佈並非很均匀。從近似m值(m=0.3)的數據顯示二元系Al-7Mg 合 金 與 三 元 系 Al-7Mg-1Fe 合 金 兩 種 材 料 同 屬 於 solute-drag controlled creep, 而且Al-Mg-Fe合金的潛變活化能(creep activation energy),亦近似於 Al-7Mg合金的活化能之值。同這些相似處可知, 散佈物的存在、晶 粒 的 細 化 與 次 晶 粒 的 形 成 不 足 以 影 響 Al-Mg 合 金 的 塑 性 流 變 (plastic flow) 特徵。可能的原因存在基材上的Al,Fe 顆粒體積比較少,不僅尺 寸較粗大,而且散佈不均匀,如此便使得顆粒強化的效應受到影響 ;而且,當一塑性流變是由solute-drag來控制時,固溶強化合金的潛 變強度是與晶粒大小無關,所以晶粒大小的降低與次晶粒的形成不 足以改變Al-Mg合金的強度。此兩種材料唯一不同處在於低應變速率 區的斜率(m值),在500℃,1x10<sup>-3</sup>s<sup>-1</sup>以下,Al-Mg-Fe合金的m值約為0.5 , 可見晶界滑移(grain boundary sliding)開始影響了此材料在高溫低速時 的塑性流變, 而 Al-7Mg 合金之m 值為 0.3, 在 550 ℃, 1x10<sup>4</sup> s<sup>-1</sup> 時也可達 到 400% , 但 當 應 變 速 率 增 到 1x10<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup> 時 變 形 量 就 不 甚 理 想 。 值 得 一 提 的是, Al-7Mg-1Fe 合金在高溫時 (~480 ℃) 已發展出 1x10<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup> 的高温高速 超塑性,伸長率可達450%左右。

類似的情況,Nieh等人[32]也發表Al-6%Mg-0.3%Sc合金的高速超 塑性,此材料同樣來自鑄造過程。他們認為,鈧(Scandium,Sc)的添 加可以形成細小又均勻散佈的Al<sub>3</sub>Sc析出物,在再結晶期間,能夠有 效地抑制次晶界與晶界成長,所以即使變形量已高過1000%,晶粒 大小還能夠維持在7 $\mu$ m左右,所以差排雖然能通過次晶粒,但在次 晶界時就被擋下來,主要是Al<sub>3</sub>Sc析出物存在的關係。這過程導致次 晶界由低角度轉變成高角度,有助於晶界的滑移而產生超塑變形, 所以此變形機構乃是由差排滑移所補償的晶界滑移,有別於solutedrag creep所控制的Al-Mg系合金。而Komura [33]則是以鑄造的方式配製 出Al-3%Mg-0.2%Sc,再經過等徑轉角擠型(equal-channel angular extrusion, ECAE)的加工方式(加工量為8)生成約0.2 $\mu$ m的晶粒大小,當合金在高 溫狀態下,微觀組織顯示優越的熱穩定性(thermal stability),主要就是 來自於此第三穩定元素Sc,在400°C維持一小時以上,晶粒尺寸仍然 小於1 $\mu$ m,而且在同溫度下以應變速率 $3.3x10^2 s^1$ 做拉伸實驗時,可 得1030%之高伸長率。

使用粉末冶金 (PM)的製程,顯少能立刻達到理想的微結構,通 常需要再施以大的工作量,使其達到需求的標準,人們常做的PM材 料通常會在傳統材料上加入一些能夠抑制晶粒成長的顆粒,如ALO<sub>3</sub> ,SiC,Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>等;也可以加入會與基材產生析出第二相的合金元素, 如Sc,Zr,Mn等。在文獻中[19,34-39,49,52-60],我們較常看到的粉末 冶金材料多以複合材料 (metal matrix composite, MMC)為主,Imai等人[34] 曾對PM 的純鋁 IN90 做超塑性質的分析,同樣需要一些如擠型或滾壓 的過程,所得到的晶粒尺寸大概是 10~20  $\mu$ m,從 TEM 的觀察中也發現 尺寸約 2  $\mu$ m 的次晶粒。經過 640 °C,1~5x10<sup>2</sup> s<sup>-1</sup> 的應變速率,所得到的 伸長率約在 200~400% 的範圍,這是一高溫高速超塑性的趨向,其m 值亦大於 0.3,顯示材料可能經歷晶界滑移的過程。而Kum 等人[37] 將三元系 Al-10%Ti-2%Fe 以粉末冶金方式製程,原始晶粒尺寸為 240  $\mu$ m ,在 450 °C下進行一道熱擠製 (25:1),加工後之晶粒尺寸可以小到 0.8-1.2  $\mu$ m 左右,而材料在 620 °C 與應變速率為 1 s<sup>-1</sup>下,伸長率可以達到

600%,他們認為此材料之所以會發展成高速超塑性,主要來自於大量的Al,Ti與Al,Fe的高溫穩定相,來抑制晶粒的快速成長。Kim [38]則 首次對於鋁基複合材料的活化能變化以兩相界面間的面積(interface area)來解釋之。他認為在加入同量的強化顆粒下,如果顆粒大小不 同,此異相面積也有異,顆粒小者往往有較大的面積,而隨著面積 的增加,活化能也會相對的提升。

Mishra 等人 [39] 對 PM 製程鋁合金與複材之超塑性整理一份完善的報告,其中分別討論傳統 PM 製程鋁合金、MA 製程鋁合金與鋁合金複材的差異性。文中強調在高應變速率下,起始應力(threshold stress)的貢獻不可忽略,所以他們個別針對不同製程方式,給予適當的參數,建立起始應力在高速超塑變形時的模式(參照表1-2 [39-45],表 1-3 [44,46-51],表 1-4 [19,49,52-57])。我們將這些製程方式所得到與超塑性質相關的參數整理於表中,以方便於未來研究方向之比較。

除了上述粉末冶金之製程外,值得一提的是,Imai等人[61]最 近將純鋁(IN90)加入少量納米級之ZrO2陶瓷強化粉粒,混合這兩種不 同粒度的粉末後再以真空熱壓方式熱壓成形,再施以44:1之擠型與 熱壓延之加工過程。在微觀組織方面,材料在600℃擠型後,ZrO2和 鋁產生反應,生成ZrAl3和Al2O3之纖維與顆粒,其大小約為1-2µm左右 。在高溫拉伸方面,加入納米強化相之體積比為5%者,在650℃與 1x10<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup>時,有伸長率170%,當加入體積量為10%時,在640℃與1x10<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup>時,則可提升延展性到200%左右。此實驗結果正與本研究之方向 有相似之處,只是我們希望加入之顆粒量可以更少。

一般機械合金製程之商業化超塑性鋁合金材料多屬 IN9021 [62] , IN90211 [51], IN9052 [48], IN905XL [47] 等, 另外也包含少數的複合 材料,如MA IN9021/SiC<sub>p</sub> [49]及MA 7075A/SiC<sub>p</sub> [63] 等。這些MA材料通常 都有一些氧化物及碳化物的散佈物質,大小僅有數十納米 (namometer) 左右。IN9021材料是第一個被發現具有高速超塑性的MA 鋁合金 [62] ,此材料和一般金屬或合金一樣,在高溫低速時,只有 30%~40% 的 延展性,但如果速率達到 $50 s^{-1} 在 550 °C$ 的高溫測試下,會得到1250%的高伸長率,這主要歸因於MA 製程的材料所得到的超細晶粒。值得注意的是,這些材料的超塑性溫度非常高,甚至在固相線(solidus line)溫度以上,如IN9021的最佳超塑性溫度為550 °C,但其固相點溫度只有495 °C。其間所得到的m值約在 $0.3 \approx 0.5 \gtrsim$ 間,Bieler等人[50]認為此材料的變形機構可能是差排滑移與起始應力的共同作用,但是對於此機構的牽制力(drag force)來源尚不清楚,但Zelin等人[64]曾在材料表面畫標記線,經變形後觀察出有共晶滑移(cooperative grain-boundary sliding)的現象,這是最近較能被接受的變形機構。除了IN9021外,其它MA材料也多有類似的情況,Higashi等人[65]對於IN9052的研究顯示,材料在高於固相線溫度以上,進行高溫高速(590 °C, $10 s^{-1}$ )測試後可以得到超過300%以上的伸長量。我們將一些MA材料的結果整理於表1-3[44,46-51]。

# 1.4 細晶粒鋁合金加工技術之發展

對於任何一種材料,人們會針對所需,除了選擇上一節中之各種配製方法,也會對材料的形狀與結構施以二次加工處理(secondary work treatments),以期能夠達到非常細小甚至納米級的晶粒尺寸,這 方面的技術發展在二次大戰後尤其興盛,而第一次出現納米級的微 觀組織就是用加工量非常高的機械合金方式與壓縮(compaction)技術製 造而成[66-69]。就超塑性之觀點,得到細晶結構的材料是基本的訴 求,在不任意改變傳統合金組成之成份的前題之下,就必須在加工 處理上著眼,以預期能得到較為理想的微觀組織。加工處理的技術 發展至今,方法不勝枚舉,一般在文獻上常引起注意的方式諸如: 衝擊(shock),扭轉(torsion),循環擠型(cyclic extrusion),等徑轉角擠型 (equal channel angular extrusion, ECAE),和滾壓(rolling)等。

在1994年, Andrade等人 [70] 嘗試對於 Cu 施以衝擊 (shock) 的加工處

理,以發展高應變速率下的超塑性質。當Cu在應變速率為10<sup>4</sup> s<sup>-1</sup>下進 行塑性變形後(plastic strain~3-4),可以得到晶粒尺寸約為0.1~0.3 μm的 微觀組織,他們認為這種微觀組織是由動態再結晶所造成的。

另外,經過衝擊後的材料所得到的流應力(flow stress)大於原始 材料的應力值,這主要是因為材料經過衝擊後,內部差排量增加, 晶粒細小等軸化,造成室溫機性之強化效應(strengthening effect),而這 種強化現象可由Hall-Petch關係式解釋之:

$$\sigma = \sigma_o + kd^{-1/2} \tag{3}$$

當晶粒越小,得到的室溫流應力也隨之變大。在中溫(250~300 ℃)低速(1x10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>)的測試實驗中,他們發現因為動態的遷移再結晶(dynamic migration recrystallization)的發生而產生1-4  $\mu$ m的晶粒大小。

對於扭轉(torsion)加工,文獻中也多有記載,如1984年,Saunders 和Nutting [71]就使用扭轉與壓縮的配合,使材料受到一高應變量。他 們以銅為實驗材料,將試片做成環狀,置入一特殊的模具內,再施 以torsion和compression的加工。其結果可由TEM看出,轉數小時,材 料接近試片表面的部分會發生變形,但在內部幾乎不見有變形跡象 ;隨著轉數增加,晶粒形狀越加等軸,尺寸小於1µm。整個加工過 程可由應力-應變曲線圖的模式分成三階段:在第一段中,由於差排 密度(dislocation density)的增加與次晶粒(subgrain)的形成,而出現加工硬 化(work hardening)的行為,加工硬化率一開始很高,隨著應變增加而 趨於緩和;第二段產生transition bands和shear bands,應力隨應變呈線性 增加;到第三段,微觀組織不再隨應變而改變,應力維持一常數, 不隨應變改變,顯示不再有應變硬化的現象。

到 1994年, Gertsman 等人 [72] 也同樣對銅進行 torsion 加工,經過變 形後的結構為0.17 μm的細小等軸晶。在退火處理後,他們發現晶粒 尺寸在 150℃以下,約可維持一常數值,一旦超過此溫度界線,晶粒

就會成長快速。在1999年時,Mishra 等人[73]則是使用torsion的方式, 將2009 銘合金加入15% SiC<sub>w</sub>,製成超細晶金屬基複合材料。晶粒大小 約為0.2 µm,經過高溫的拉伸測試後,如同傳統MMC 材料的特色, 可以得到高溫高速的超塑性,顯示出母材與強化顆粒之界面(interface) 間的滑移扮演重要的角色。可惜的是,材料沒有因為經過嚴厲的加 工細化晶粒,而降低超塑性發生的溫度。

此外,大應變量的cyclic extrusion技術也曾被研究過,Korbel等人 [74] 利用此一技術加工純鋁,應變量可以到6.0。Zughaer和Nutting [75] 更利用此方法將銅與銅鐵合金應變到13.8。此方法乃是將原始材料 置於艙門(chamber)內,兩邊分別裝置油壓式衝模(ram),艙門中間有一 頸縮區,當一邊油壓進行時,另一邊不動,材料經頸縮區受到擠型 後再經過壓縮,然後再由另一邊推回,經過反複來回的擠型與壓縮 ,材料受到大量的變形,使晶粒尺寸驟減而達到超細、等軸的理想 微結構,以符合超塑性的基本訴求。Yeh等人[76]也是使用此類往復 式 擠型 的 方 法 , 擠 製 Al-12%Si 材 料 , 其 擠 型 比 約 為 10:1 , 當 擠 型 次數 達到6次時,由微觀組織的觀察可以發現,顆粒分布的相當均勻, 晶粒大小可以小到0.8 µm左右,在室溫的機械性質方面,不僅強度 增加,伸長率也有非常不錯的表現,約可達到25%,當觀察擠型次 數到11時,這些微觀組織與機械性質的差異不大,顯示擠型次數到 6次時,已經可以達到最佳化的狀態。他們認為,這樣的加工方式 比起使用機械合金或是粉末冶金搭配快速凝固(rapid solidification)法來 得較為簡易,而且也能得到同樣優越的性質。

近年來,也有一些學者,如: Valiev et al. [77-80], Tsenev et al. [81], Mabuchi et al. [82-84], Kawazoe et al. [85], Berbon et al. [86], Iwahashi et al. [87-88], Ferrasse et al. [89], Komura [33], Yamaguchi [90], Gholinia [91]等,相繼 發展等徑轉角的擠型(ECAE)加工,目前常見的轉角有90°, 120°等。 Berbon 等人[86]曾利用此一加工技術對純鋁與Al-Mg-Li-Zr合金做研究,

原始 Al-Mg-Li-Zr 合 金 的 晶 粒 大 約 為 400 µm , 經 過 ECAE 的 大 量 變 形 (true strain~3.7)後,得到1 µm的細晶粒,經機械性質的測試,其降伏強度 與極限拉伸強度均略有增加,而且室溫延性亦有改善,在330℃, 3.3x10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup> 的 高 溫 拉 伸 中 可 以 得 到 最 佳 的 變 形 量 550% 。 此 外 晶 粒 尺 寸 對於溫度的敏感性一直是穩定的,直到427℃後,晶粒才會明顯變大 。同樣以ECAE 製程的 Al-Mg 合金, 在 177 ℃後, 晶粒就有 成長的 趨勢 ,此二材料最大的差異性在於Al,Zr析出物在高溫時的穩定表現,致 使晶粒的成長有效被抑制住,而Al-Mg固溶合金因為沒有穩定相的析 出物,所以晶粒隨溫度升高而成長的趨勢就很明顯。對於純鋁的 ECAE 製 程 而 言 , Iwahashi 等 人 [87-88] 將 原 始 材 料 由 1 mm 厚 度 在 每 道 1.05 的應變量下,經過四道擠形後可以得到4 µm的晶粒尺寸。特別的是 ,他們使用A、B、C三種不同擠型的路徑(如圖1-4所示),經比較結 果, route B 經 多 道 擠 型 後 所 得 到 的 結 構 會 比 route A 和 C 更 具 等 軸 性 與 高角度的晶界,而routeA則最慢達到高角度晶界的分佈。為了方便 了解材料在ECAE過程的剪切方向,他們也同時定義不同擠形路徑之 三軸面(如圖1-5所示)。

值得注意的是,對於相同材料 Al-Mg-Li-Zr合金,Valiev 等人[77] 近 來發展其ECAE 加工技術,經過高應變的中溫加工(ε=12,在400℃作 ECAE)後得到1.2 µm的次晶粒。在350℃,1x10<sup>2</sup> s<sup>1</sup>下,已將此材料拉伸 到1180%的高變形量,在350℃與1x10<sup>1</sup> s<sup>1</sup>時也能達到910%,成功發展 出商業性銘合金之低溫高速超塑性(LT&HRSP)。除此外,Valiev等人 [80] 還將Al 6061/10%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>複合材料使用torsion和ECAE之技術來細化晶粒 尺寸,經過微硬度機(microhardness)的測試後,兩者的強度分別比原始 材(~600 MPa)大三倍和二倍,而且即使在ECAE下加工應變量高達10左 右,Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>顆粒也沒有破裂跡象,與一般文獻使用傳統加工而造成複 合材料有非常嚴重的裂孔現象有異,這可能的原因是使用中溫的 ECAE 擠製,以及ECAE是保持等徑大小擠製,材料的截面沒有改變所 致。儘管如此,複合材料在經過此兩種加工方式後,確實有增加強 度與細化晶粒的功能。

Mabuchi 等人 [82-84] 除了研究鋁合金外,也曾嘗試以ECAE方式加 工鎂合金(AZ91, Mg-Al-Zn-Mn alloy),此舉在發展低溫之超塑性。在 200℃(~0.5 T<sub>m</sub>), 6.2x10<sup>5</sup> s<sup>-1</sup>的拉伸條件下,可以得到661%的高變形量。 所得到的m值為0.3,近似於本實驗室先前[92]對Al-Li合金低溫超塑性 的結果,目前對於低溫超塑性的機構尚非十分明確,而Pu等人[76] 則認為可能是由差排的黏滯滑移(viscous glide)補償晶界滑移的機構, 但晶粒尺寸的變因也必須加以考慮,而活化能在LTSP時與差排核心 擴散(dislocation core diffusion)或晶界擴散(grain boundary diffusion)相合。 Mabuchi等人更進一步以相同製程在測試溫度範圍150°-250°C之間研究 AZ91鎂合金之低溫超塑性,結果顯示出應力指數為2,而活化能的 結果也顯示超塑性的發展主要來自於Mg在晶界擴散。

Gholinia 等人 [91] 則是以ECAE 加工鋁合金 Al-3%Mg-0.2%Zr-0.2%Fe 和 Al-0.3%Mn時,對於不同的應變路徑 (strain path)作一整體性的探討,並 且配合電子背向繞射 (electron backscattered diffraction, EBSD) 之分析儀器對 材料的晶粒演化加以解析。其應變路徑之旋轉角度可分為四種:分 別為0°, 180°, 90°和 +/- 90°等,0°就是試棒每次經過擠型道時沒有轉面 (route A,如圖 1-4 (a)所示);而180°與90°則分別是試棒轉180° (route C, 如圖 1-4 (c)所示)與90°後置於擠型道上繼續擠壓;最後有 +/- 90°者,就 是每道擠壓時,材料依順序順逆方向旋轉90°,而非像90一直順著同 方向旋轉90°擠壓。在EBSD 的分析結果中顯示,材料在單一旋轉方 向90°時,較容易有高角度的晶界生成,是一個比較理想的加工路徑 ,此時材料所受的加工量高達 ε=16左右。

除了一些特別的加工技術外,也有人針對傳統的滾壓技術發展 於超塑性質上,如: McNelley et al. [93], Han et al. [94], Nieh et al. [32, 95-96] , Kim et al [31], Imai et al. [34], Verma et al. [22], Saito et al. [97], Hsiao et al. [98-100] 等人。McNelley 等人 [93] 對於含高鎂之Al-10Mg-0.1Zr之實驗用合

金的加工方式,是經過十二道的滾壓,中間穿插五次的退火處理 (annealing treatment),每次退火均在300℃下進行30分鐘。材料由原始厚 度25 mm,被壓到2 mm,應變值大約為2.6,他們同時發現因高鎂而 產生大量β相(Al<sub>s</sub>Mg<sub>s</sub>)的析出物在應變為1.5時幾乎是穩定的,大小約 為0.5  $\mu$ m左右。值得注意的是,此合金在300℃下就有超過1000%的變 形量,但如果鎂含量降到5%以下,則β相大幅減少,甚至沒有出現 ,則不易產生如此優異之超塑性。Han等人[94]則是對於雙相不鏽鋼 (duplex stainless steel)處以簡易的冷滾 (cold rolling) 加工,其兩相的晶粒都 能維持在1~2  $\mu$ m左右。而經過90%冷壓後的不鏽鋼材可以在850℃, 3x10<sup>3</sup> s<sup>-1</sup>下,變形量甚至高達750%,這主要的貢獻來自於兩相間晶粒 互相抑制成長,使晶界滑移易於進行所致。

Saito 等人 [97] 則是使用 roll-bonding 的製程技術,將純銘1100 之1 mm厚度薄板疊層後進行 200 ℃的滾壓,壓延後的材料再截成兩半, 疊層後再壓延,重複步驟至少六次以上。晶粒由原始 37 µm 被壓延到 0.67 µm。其室溫強度由原始的 100 MPa 增加到 300 MPa,顯示晶粒的細 化對材料有強化之作用;而從微觀組織也可以發現,隨著壓延次數 的增加,結構也由原始沒有晶粒方位錯位 (misorientation)的現象慢慢衍 生到有剪織構 (shear texture) 的變化。

Nich 等人 [32, 95] 對於三元系 Al-Mg-Sc 合金進行冷滾壓延,從原始 厚度 1 mm 經中間兩次的退火處理(250 °C, 30 分),最後的厚度為0.09 mm,整體壓延量為91%。雖然加工應變量相當大(~2.41),而且合金 元素 Sc 的添加所析出之 Al<sub>3</sub>Sc 顆粒能有效抑制晶粒成長,m值約為 0.35~0.45之間,應該會有不錯的超塑性現象發生,但在高溫所進行 的拉伸實驗,其伸長率均無法超過200%,他們認為可能是試片厚度 太薄的關係,所以他們利用較厚的原始材,經80%的冷滾壓後得到2 mm厚度試片,在475 °C,  $1.38x10^2 s^1$ 下竟有1130%的高伸長率,而且裂 孔量極少。同樣三元系 Al-Mg-Fe 合金,Kim 和 Shin [31] 由25 mm厚的原 始材在450 °C下進行一小時退火後溫壓延(warm rolling)至7 mm厚,然後 以爐冷的方式降溫至350 °C後繼續溫滾壓至2 mm 的厚度,在465 °C和 480 ℃, 1x10<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup>下也有450%的伸長量。Verma等人[22]則是嘗試探討冷 滾壓與熱滾壓對於5083合金超塑性的影響。冷滾壓方式是每道15% 的滾壓後進行200 ℃, 30分的退火處理,總壓延量為92%,對於冷滾 壓所產生的應變能(strain energy),則需靜態再結晶的過程加以釋放; 熱滾壓則是在500 ℃下,以每道60%的高滾壓量進行兩次滾壓,總壓 延量也是92%,在500 ℃時,經two-stage (1.2x10<sup>-2</sup> s<sup>-1</sup> → 8x10<sup>4</sup> s<sup>-1</sup>)的拉伸過 程,顯示冷滾壓的材料有630%的伸長率,而熱滾壓的材料只有160% ,前者由原始晶粒尺寸20 µm滾到9 µm,但後者因高溫而造成晶粒成 長行為甚於動態再結晶,所以最後晶粒尺寸已高達39 µm,所以導致 變形量不佳。

Imai 等人[34] 是對純鋁進行粉末冶金方式,完成整個製造與加工的過程,粉末在真空下以500℃,200 MPa燒結(sintering),再經過擠製(44:1),最後在高溫過程(溫度範圍為200℃至650℃)中進行熱滾壓, 最後的厚度為0.75 mm。他們發現熱滾壓溫度在450℃以下,m值低於 0.17,伸長率也少於100%,在450℃溫度以上則有0.4 的m值,及 200%~400%(測試條件為 $2x10^2 s^1$ ,640℃)的伸長量,晶粒大小為10~20 µm。所以由PM方式製程的純鋁,經過擠形與500℃以上的熱滾壓延 後,材料會有超塑性的現象發生。

文獻中對於 Al-Mg-Si 6xxx 系合金的超塑性較少研究, Kovacs-Csetenyi 等人 [101] 將鑄造材料處以均質化,再以熱滾壓、固溶處理、 過時效、冷滾及退火過程,發展材料的超塑性,不過詳細的處理過 程並沒有說明,所測試的條件在高溫低速下,其m值約為0.4左右。 過程中發現,當合金元素量較多,晶粒愈小時,超塑性的現象會愈 明顯,值得一提的是,加入背壓氣體能夠有效控制裂孔的成核與成 長。Ismail [102] 也針對 Al-Mg-Si 合金做熱機實驗的探討,但其著眼點在 於材料室溫強度的提升,經過冷滾後在 under-aging 和 peak-aging 之間做 比較,雖然高溫的延展性會因為加工而稍有提升,但不足以發展超 塑性。

Nich等人 [96] 最近曾成功地開發商業性 Al-Mg-Si 系 6061 銘合金之 超塑性,其晶粒大小約有 200 µm,所測試溫度為 500 ℃~610 ℃,應變 速率為 1x10<sup>5</sup> s<sup>-1</sup>~2x10<sup>2</sup> s<sup>-1</sup>,結果顯示在 1x10<sup>4</sup> s<sup>-1</sup>之低速率與 590 ℃之高溫 下,材料的超塑拉伸率可達 350%,由於材料的固溶溫度為 582 ℃,所 測試之溫度已輕微超越此固溶點,他們認為這是由於晶界中存在少 量的液相(liquid phase),在晶界滑移時扮演輔助滑移之角色,而達到 超塑現象,但當測試溫度提高,液相的量過多,反而有害於晶界的 滑移,所以伸長率便降低,類似的結果也見於 Lou [103] 之實驗中,其 6061 銘合金在 2x10<sup>4</sup> s<sup>-1</sup> 與 590 ℃時,最高拉伸率也超過 400%,且m值高 達 0.5-0.7,不過在高速率時,拉伸率便降到 200% 以下。

### 1.5 超塑性機械性質之測試情況

一般而言,超塑性的發展均在高溫(>0.5 T<sub>m</sub>)低速(<1x10<sup>3</sup> s<sup>-1</sup>)下進 行,而且在一些金屬中都已有不錯的表現,但如果要推展超塑成型 技術與工業界結合,不論高溫或慢速都不合乎產業要求,所以目前 的超塑性技術開始發展於高速低溫的路逕,前者能使產品量產化, 後者既可使成形時方便降低能源消耗,也可使成形後之性質大幅提 昇[92,104]。所以最佳的應變速率必須提升至1x10<sup>2</sup> s<sup>-1</sup>以上,而溫度則 盡可能在0.5 T<sub>m</sub>以下甚至在常溫下,這也是許多學者努力的目標。基 於此目標的考量,首先我們必須著手進行的,就是將晶粒的尺寸細 化,而各種加工技術的演進就是幫助晶粒細化最佳的利器,所以為 了達到工業所能接受的超塑成形標準,發展出一套有用的加工與微 結構配製技術是非常重要的工作。

1.6 機構之探討

超塑性的變形機構主要來自於晶界的滑移,但通常需要一些補 償機構的幫助,以避免一些存在晶粒三叉點的裂孔發展,而使材料 提早破壞。這些補償的機構可能是grain-boundary migration, recrystallization , diffusional flow, 或是經由差排的滑移等。表1-5是文獻中一些學者 經過超塑性的實驗結果而歸納出的理論公式,但是這些公式並不能 完全定量地預測細晶超塑材料的潛變速率,其所預估之值大概要低 於實驗值約數十或數百倍,而且,這些理論也無法正確預測應力、 温度與晶粒尺寸間的相關性。總之,我們可以由高溫變形行為的應 變 速 率 對 應 力 模 擬 關 係 圖 (圖 1-6) 看 出 , 在 變 形 期 間 會 有 兩 個 獨 立 的 機構相互對立,此二機構為伴隨起始應力的晶界滑移(虛線部分)與 差排控制的滑移機構(實線部分)。因為是獨立的機構,所以行為較 快者即為速率控制機構,而較粗的曲線則是可能的變形模式。將此 粗線分為四區: region 0, region I, region II, region III。 region 0為 diffusional creep,其斜率在圖1-6中可見為n~1, region I可以發現起始應 力值,此一值為溫度函數,隨溫度的升高而降低,另外從高斜率的 情況可以預期此區的延性不佳; region Ⅱ則為超塑流區, 此區的n值 約為2,而 region III 則為 power law 差排 潛變控制的變形模式,其n值約 為4-8。由於傳統超塑流變的最佳應變速率只能到1x104s1,與商業上 成形速率(約0.01~10 s<sup>-1</sup>)有一段差距,所以我們必須改變一些結構上的 變因,使得晶界滑移能夠在高速之下易於進行,但不利於 slip creep 的 作用,由圖1-7所示,我們假設GBS和slip creep的機構是直線的,此二 機構可由下面兩個方程式[105,106]表示之:

$$\mathfrak{E}_{gbs} = A_{gbs} \left(\frac{b}{d}\right)^3 \left(\frac{D_{gb}}{b^2}\right) \left(\frac{\sigma}{E}\right)^2 \tag{4}$$

$$\mathscr{S}_{slip} = A_s \left(\frac{\lambda}{b}\right)^3 \left(\frac{D_L}{b^2}\right) \left(\frac{\sigma}{E}\right)^8 \tag{5}$$

*s*<sub>gbs</sub> 和 *s*<sub>slip</sub> 分別為GBS和 slip 的應變速率;A<sub>gbs</sub>和A<sub>s</sub>為常數;β為伯格向量(Burgers vector);d是晶粒尺寸;λ為顆粒間之距離(interparticle spacing)

或亦指晶粒尺寸;  $D_{gb}$ 和 $D_L$ 分別為晶界與晶格擴散係數 (diffusivity);  $\sigma$ 和E則分別為應力值與楊氏係數 (Young's modulus)。

圖1-7中兩線的交點可由上述兩公式(4)和(5)的組合得到:

$$\left. \frac{\sigma}{E} \right|_{\mathcal{B}_{sp_{max}}} = \left( \frac{A_{gbs} D_{gb} b^6}{A_s D_L d^3 \lambda^3} \right)^{1/6} \tag{6}$$

$$\mathscr{S}_{sp_{max}} = \left[\frac{(A_{gbs}D_{gb})^{4/3}}{(A_sD_L)^{1/3}}\right]\frac{b^3}{d^4\lambda}$$
(7)

由以上的公式可知,影響最大超塑速率(*s*<sub>spmax</sub>)的因素來自於晶粒大小 ,所以從上述公式的定義,我們只要降低晶粒的尺寸,就能提升超 塑性之應變速率;亦即由*s*<sub>spmax</sub>(i)轉變至*s*<sub>spmax</sub>(ii)(如圖1-7所示)。當晶 粒變小,超塑形變流增快(由公式(7)可知),而滑移潛變流變慢,所 以在高應變速率區時,主要控制機構還是晶界滑移。是故發展高速 超塑性的重點在於發展超細晶(ultra-fine)的微結構,所以舉凡目前文 獻中熱門的專題,不論在製程或加工過程,均著重於超細晶微結構 之發展。

Solute-drag creep 通常為固溶合金 (solid-solution alloy) 之主要變形機構 ,包含Al-Mg系合金 [27]。此一機構最早由Weertman提出 [107],基本上 是建立在差排潛變之基礎上,主要為個別差排的活動而造成的塑性 變形。當差排在其滑移面上滑移 (glide)時,受到一些溶質原子的阻礙 , solute-drag creep 便成為速率控制機構,Weertman 根據此溶質原子與差 排之關係,定義其機構模式為:

$$\mathscr{E} = AD_{sol} \frac{kT}{E} \left(\frac{\sigma}{E}\right)^3 \tag{8}$$

D<sub>sol</sub>為溶質原子之擴散係數, k為Boltzman's常數, T為絕對溫度, E為 楊氏係數。其m值為0.33 (n=3), 即使在較粗大的晶粒下,也有優越的 超塑伸長量,當然,其m值並沒有傳統超塑性m值(0.5~1)高,所以通 常其伸長率約在200%~400%左右,這牽涉到材料變形與m值之間的關 係,m值決定材料在局部塑性流變開始後,其頸縮發展的速率。當 材料發生頸縮時,頸縮面積愈小處,其面積縮減率愈高,最後於該 處斷裂,典型的面積減少率與面積之關係如圖1-8 [104]所示,可以知 道當m值等於1時,面積減少率與面積無關,但m小於1時,面積減 少率愈明顯,當m值大於0.3以上,材料便可能有較大的延伸率,而 m值愈大,頸縮現象發生後,變形不會迅速集中,亦即變形量會愈 大。

# 1.7 研究方向

綜觀文獻的報告,目前對於銘合金的發展相當引人注目,主要 是銘合金質輕強度夠的性質,過去銘合金的超塑性材料多發展於航 太工業,因為超塑成形的條件受到限制,所以雖然超塑成形有其優 越的好處,不能量產的缺點就只能發展於高等級、不計成本的航太 工業。最近,當一些學者開始致力於克服此一問題時,我們發現一 些汽車工業、民生產業開始接受這一技術。基於目前的研究方向, 本實驗室接續先前在航太用 7475 Al-Zn-Mg合金開發出高溫(500 ℃)低速  $(2x10^4 s^4)$ 超塑性(1500%)[108, 109], 8090 Al-Li合金之高溫(525 ℃)低速  $(2x10^4 s^4)$ 超塑性(600%)[110],與 8090 Al-Li合金之低溫(350 ℃)低速(8x10<sup>4</sup> s<sup>-1</sup>)超塑性(710%)之研究[111],目前從事數方面之研發努力:一是Al-Mg-Si 基 6061/SiC<sub>p</sub>複材之高溫(580 ℃)高速(5x10<sup>4</sup> s<sup>-1</sup>)超塑性(已進展到 250%);二是純銘之高溫(640 ℃)高速(1x10<sup>4</sup> s<sup>-1</sup>)超塑性(已進展到220%); 三是 5083 Al-Mg合金之低溫(230 ℃)中速(2x10<sup>3</sup> s<sup>-1</sup>)超塑性(已進展到511%) ;四是 6061 Al-Mg-Si 合金之超塑性。

本博士論文即是探討第四項,選擇商業性便宜之6061 紹合金, 分別以鑄造材料與粉末冶金方式研究其性質,目前文獻上針對6061 銘合金之超塑性研究極為少見(僅見到一篇[96]),倒是6061 紹合金之 複材已成功開發出高溫高速之超塑性。對於鑄造材料,我們嘗試以 傳統加工方式,如滾壓,給予大量的加工,滾壓截面減少率超過 90%,而滾壓應變量大於2.5,使晶粒尺寸能夠小於1µm。對照粉末 冶金的製程,我們希望加入少量(volume fraction少於5%)的添加物,如 30 nm之納米級SiC或SiO2顆粒,來抑制晶粒生長,所以如果同樣對 PM 製程的6061 銘合金施以傳統擠製與滾壓之加工後,得到細晶材料 ,在高溫的機械測試下,晶粒受到納米顆粒限制而保持細晶狀況, 有助於晶界之滑移,所以超塑性質的發展是可以預期的。

不論在文獻或實驗中,我們都發現,6061 鋁合金即使在不同加 工方式下產生非常細小的晶粒,但是在超過500℃時,晶粒的成長是 無法避免的[112],所以大多數的文獻均是在合金裡面添加15-25vol% 的陶瓷強化顆粒或鬚莖,諸如Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>或SiC等,其尺寸約為0.2-1 µm。經 過下列公式[113]的計算,我們可以預測複材晶粒的尺寸:

$$L_s = < r > \sqrt{\frac{2\pi}{3V_f}} \tag{9}$$

其中,L<sub>s</sub>為添加顆粒間之距離,在高溫晶粒成長後,約略為晶粒之 尺寸(因為顆粒阻擋住晶界的成長移動), <>>為添加顆粒的平均半徑 ,V<sub>f</sub>為顆粒添加之體積百分比。舉例來說,以添加大小為0.3µm,體 積比為20%的強化顆粒而言,經過上述公式的計算,其L<sub>s</sub>約為1.0µm ,這樣的尺寸使得複材在高速超塑性下,晶粒仍可維持在0.5-2µm左 右,不易成長。

然而,這些具有高速超塑性的複合材料不僅相當昂貴,在室溫下雖然強度提升,但是室溫拉伸率只有3%以下,非常不利於工業界的運用,再者,最近的研究[114]發現,由美國 Advance Materials Corp 所

生產的商業性HSRS 6061/SiC<sub>w</sub>複材不能熔銲接合。所以我們認為,研發HSRS 6061合金添加1vol%之SiO<sub>2</sub>,SiC或Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>等納米強化顆粒(大小約為30-50 nm)是值得期待的。此材料同樣經過式(9)之計算後,約可得到 0.3 µm 左右的晶粒尺寸。這種材料我們稱之為強化材,可以經過粉末製程或鑄造方式生產,產品較為便宜,而且室溫延性較高, 也適合銲接,應用性相對提高。

歸納之,本研究探討之重點如下:

- 如何使Al-Mg-Si系之6061商業性便宜之鋁合金以最簡易之方式
  ,研發出細晶粒且穩定之微結構組織,進而開發出具超塑性之板材。
- 了解6061合金所能達到200%以上超塑拉伸量之最低溫度與最高速度,以評估其與理想之低溫或高速超塑性之差距程度。
- 3. 從30 nm納米級之SiC或SiO₂含量及分佈探討其對晶粒細化、溫度穩定性,及超塑性之影響如何?如果情況良好,可以在6061 合金鑄造時,加Zr,Cr,Mn或Sc等合金元素,產生同樣約30 nm之強化顆粒,或使用更廉價的納米級AlO3粉粒,進而開發 鑄造6061合金超塑板材。
- 根據微觀組織與微織構(microtexture)在不同加工與超塑拉伸程度時之演變,了解微組織與超塑性之關連,也觀察群體晶粒之滑移(cooperative grain-boundary sliding)與個別晶界滑移之啟動模式。
- 利用DSC熱分析,配合微組織之結果,了解熱機處理後之不穩 定次晶粒與溫度之關係。
- 6. 分析所有中高溫超塑性之拉伸數據,探討晶界滑移與差排滑移 潛變所扮演之角色程度,特別注意晶粒大小與變形速率間之關係。針對熱機處理後之鑄造材TMT-6061,納米強化材 6061/1%SiO,與複合材料6061/20%SiC 三種材料之性質與機構,做

一分析與比較,以了解自行研發之強化材與其他兩種商業性材 料之異同性與優缺點。

# 第二章 實驗方法

2.1 實驗材料

本實驗所使用之材料為6061 鋁合金系列,此商業用之鋁合金在 超塑性的研發方面,尚未有突出的實驗數據以提供工業上的應用, 所以我們特針對此種材料進行研發,並且將研發之方向分為兩部份 ,一是加工改良法;二是合金改質法,我們以一流程圖2-1來圖解說 明。前者通常使用商業用之鋁合金分別加以特殊之熱機(TMT)處理或 等徑轉角擠型(ECAE)法來改良材料之性質;而後者則加入少量納米 陶瓷顆粒於鋁粉內,同樣經過特別的熱機處理,來改善6061 鋁基材 之超塑性質。其主要冶製可分為兩種:一為鑄造冶金(ingot metallurgy, IM)材料,一為粉末冶金(powder metallurgy, PM)材料。前者鑄造壓延材 料乃取自於中鋼鋁業公司商業用 6061 鋁合金(成份如表2-1),此材料 已先經過均質化高溫熱處理,之後施行 500℃之熱滾壓至 60 mm 厚度 ,另等徑轉角擠製之材料則來自本實驗室樓百堯(Lou)學長在美國南 加大實驗室所加工擠製之材料則來自本實驗室樓百堯(Lou)學長在美國南 加大實驗室所加工擠製之材料則使用 6061 鋁粉,以及加入少量納米級 的碳化矽(SiC)或氧化矽(SiO<sub>2</sub>)粉末,分別進行粉末冶金製程,以成形 為實驗用塊錠。

在6061 銘材的研究部份,本實驗室涉獵範圍甚廣,除上述所介 紹的材料外,還包括金屬基複合材料6061Al/SiC等材料,在本論文裡 ,我們希望對這些材料能加以適當的比較與分析,所以在後面章節 的討論裡,我們將特別地介紹這些材料不同的熔煉方式與加工方法 ,以及材料經不同加工方式之後,其晶粒細化的情況。

2.2 粉末冶金製程

粉末製程的6061 鋁粉來自美國 Valimet 公司所生產之6061 鋁合金 粉末,其顆粒大小約為20μm,形狀與粒徑列於表2-2。強化相碳化 矽和氧化矽粉末來自俄國 Plasmachem GmbH 公司,係由德、俄技術合 作,其顆粒大小約為25-50 nm,平均約為30 nm,其它特性亦見表2-2 。粉末製程材料之成分為6061 粉+1 vol% (SiC, SiO<sub>2</sub>)粉,對照組為6061 粉 末冶金不加強化相。

粉末之混合乃以溼混(wet-mixing)方式,溶液為易揮發之酒精或 異丙醇,使用超音波振盪機振盪一小時,再以高速攪拌器加熱攪拌 (約為300℃),以達均勻混合之目的。混粉技術可以影響強化相在基

材上是否均匀散佈,所以針對混合均勻情況,可以控制在超音波振盪時間與在攪拌機上之轉速,這兩變因過去在本實驗室中曾嘗試過 [7,8],亦發現確實有其影響。

混好之粉末經兩階段真空除氣過程,先於300℃除氣兩小時, 再升溫至600℃除氣一小時,目的在除去粉末顆粒所吸附的水分,以 增加粉末間接合能力。這些過程均在真空熱壓機(vacuum hot pressing machine)內完成,此機型為美國Centorr Vacuum 公司製造之50 頓油壓式 真空熱壓機及其艙門內部之組裝(如圖2-2所示)。我們所進行之壓力 為100-120 MPa,真空度小於10<sup>4</sup> torr,一般約為1x10<sup>5</sup> torr~4x10<sup>6</sup> torr 之間 。溫度(channel 1)與壓力(channel 2)對時間之模擬程式以圖2-3表示之, 左邊縱軸為溫度刻度,右邊縱軸為壓力刻度,橫軸則是時間刻度。

2.3 加工製程

原始鑄造壓延材與粉末冶金有無添加強化顆粒之材料均需經過 熱機處理,這些熱機處理包括擠型、滾壓、時效與退火過程。經熱 機處理過之材料再經機械性質的測試與微結構之觀察與分析,構築 出一套完整之材料研究藍圖,我們將這一系列研究路徑,以一流程 圖概要表示(如圖2-4)。

2.3.1 熱擠型製程

本實驗室所使用的擠型機為350噸銅銘用擠型機,為台灣功益 機械公司,雙側橫軸式油壓擠型機(如圖2-5)。經粉末熱壓燒結的圓 柱狀壓型體(直徑為65mm),置於擠型機之模具部分,然後加熱盛筒 ,以每半小時加熱100℃的速度,約五小時後,當盛筒溫度達穩定之 設定值300或500℃時,加熱模具部分,在設定之擠型溫度下讓模具 部分預熱至所需溫度,擠型比(extrusion ratio)分別為19:1、42:1與100:1,擠製出之材料為直徑15mm、10mm與6.5mm的長條棒狀,擠型方向 平行於熱壓方向。擠型比計算如下:

擠型比=
$$A_0/A_f$$
 (10)

經過不同擠型比的擠型(as-extruded)材料,我們面積縮減率(R<sub>A</sub>)分別為:

對 15 mm 孔 徑 而 言 , $R_A = (65^2 - 15^2)/65^2 = 95\%$	真實應變量約為2.93
對 10 mm 孔 徑 而 言 , R <sub>A</sub> =(65 <sup>2</sup> -10 <sup>2</sup> )/65 <sup>2</sup> = 98%	真實應變量約為3.74
對 6.5 mm 孔 徑 而 言 , R = (65²-6.5²)/65² = 99%	真實應變量約為4.61

2.3.2 熱處理程序

原始鑄造壓延鋁合金先經過530℃,兩小時之固溶處理(solid solution treatment),經過冷水淬冷至室溫,再進行時效處理(aging treatment),在溫度250℃下,恆溫0,24與48小時,後兩者均為過時效處理(overaging treatment)。過時效處理目的在使析出強化6061 鋁合金的針狀析出物Mg<sub>2</sub>Si能夠均勻被析出,對於抑制晶界成長有所幫助,不同的過時效時間可以讓我們了解針狀析出物的析出情況對於超塑性質的影響,藉以尋求改善之道。另對鑄造與粉末材在經過熱機處理後,也另再作T6熱處理,其步驟為530℃與2小時之固溶處理,水淬後,將材料置於油浴爐裡,以160℃的溫度恆溫保持18小時之時效處理(peakaging treatment)。此方法在於了解並比較材料經過不同製程後,所能達到的最高抗拉強度之範圍。

## 2.3.3 滾壓製程

粉末製程與鑄造之合金均進行滾壓處理。本實驗室所使用之壓 軋機為日本製HF 200x200 可調轉速滾壓機(如圖 2-6)。原始鑄造壓延合 金經熱滾壓之試塊厚度為60 mm,為方便接續之壓延加工,我們將母 材厚度切為30 mm厚度,再分別進行室溫冷滾壓(cold rolling)與溫滾壓 (warm rolling),後者溫度約在200-300℃之間,壓延至最後試片厚度分 別為2 mm及1 mm,原始材冷滾壓方向平行於原熱滾壓之方向,每次 壓延量在10%以內,總壓延量為90%以上。而粉末製程合金經擠型後 之試棒直徑分別為15 mm、10 mm及6.5 mm等三種尺寸,同樣經冷壓或 溫壓至2 mm及1 mm兩種厚度之片材,滾壓方向平行於擠型方向。壓 延速度為330 mm/min,每次壓延量在10%以上,壓延過程中亦經過幾 道回爐過程,於250℃或300℃下,進行30分鐘。

對於不同製程所得到的應變量可以綜合比較於表2-3與表2-4。 鑄造壓延材料經過加工後,其應變量可以達到3.4,而粉末冶金材料 經過500℃之高溫擠型後,在擠型比為19:1的擠型之下,雖然熱作應 變量還不到3,但擠型比42:1與100:1的擠型應變量分別為3.74與4.61, 比鑄造壓延材所經歷之加工量更大,而這些擠型棒材仍會繼續以室 溫或中溫壓延方式再增加應變量,使棒材被壓延至2mm與1mm兩種 厚度之片材為止。雖然這兩種在不同溫度及不同加工方式的應變量 不具加成性,但由此可知,粉末冶金的材料經歷非常嚴厲的加工過 程,文獻的報告大概也多有相似之處,ECAE加工量大約為5-12左右 ,兩者相差有限,所以如此劇烈的加工量預期材料能夠得到相當細 小的晶粒尺寸。

- 2.4 機械性質
- 2.4.1 試片車製

鑄造壓延合金經滾壓後,依美國材料試驗學會(ASTM)之規格車

製成標準片狀試片,標距長度為8mm。粉末製程之材料分別以擠型 與滾壓過程車製成棒材與片材兩種拉伸試片,其規格依照ASTM之標 準縮小。其長軸方向均為擠型或滾壓方向,標距長度分別為8.3mm 和5.5mm。另外,由於等徑轉角擠型之加工需要小型試棒,以利擠 型之順暢進行,所以本實驗室學長樓百堯將擠型後之試棒車製成更 小之試片,其標距長度只有4mm長。以上測試片材與棒材之詳細規 格如附圖2-7與2-8。

### 2.4.2 機械測試

對於本材料的機械性質,主要由拉伸試驗做分析,所使用之拉 伸試驗機為舊式Instron 1125型(如圖2-9)與新型Instron 5582型(如圖2-10) 之齒輪傳動式萬能試驗機及其高溫爐之架構,與MTS 819油壓式高速 動態試驗機(如圖2-11),前者(Instron)主要用於低應變速率(strain rate <1x10° s<sup>-1</sup>),而後者(MTS)則用於高速拉伸測試(strain rate >1x10<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup>),兩者 均配有三區(3-zone)加熱之電阻式高溫爐與k-type之熱電偶(thermocouple) ,誤差值在±2℃內。

測試過程是以等速度拉伸,而速度的控制以固定夾頭速度法 (constant cross-head speed)為主,亦稱之為遞減應變速率法(decreasing strain rate method),分別進行室溫與中高溫之拉伸。室溫測試之起始應變速 率(initial stain rate)為 $1x10^3 s^1$ ,主要量測材料室溫降伏強度(yield stress, YS) 、極限拉伸強度(ultimate tensile stress, UTS)與室溫延展性(ductility)。中高 溫測試在200 °C以上,分別進行 $1x10^3$ , $1x10^2$ , $1x10^1$ , $5x10^1$ 與 $1x10^{\circ} s^1$ 之起始應變速率。所得到的數據經電腦處理後,可以得到超塑性領 域常見之真實應力與應變關係圖(true stress-true strain curve),應變速率敏 感值(m value),加工硬化(work hardening)值,高溫伸長率(elongation)與形 變截面積縮小率等機械性質。

### 2.5 熱穩定性(Thermal stability)

對於鑄造壓延6061 鋁合金與粉末冶金所產生的合金,我們將施 以熱分析實驗,來進一步了解其中低溫(200-400℃)時晶粒演變狀況 、回復與再結晶表現,以了解其在此溫度中之晶粒組織穩定性,另 外也會探討其在高溫時之起始溶點溫度(incipient melting point)。我們所 使用之儀 器為法國 SETARAM 公司所 製造的 DSC 131 型熱分析儀 (differential scanning calorimeter, DSC),所有的程式將從室溫25℃開始,終 止於680℃,加熱速率為每分鐘5-20℃。另外,為避免樣品在高溫下 氧化,我們除了將樣品置於不鏽鋼坩堝中後以鎳環密閉封死外,在 升溫前先通入大量高純度氫氣,以趕走爐體內之空氣,在升溫過程 中並持續少量氫氣(約10 psi),既可避免樣品氧化,也可避免通入之 氣體影響升溫速度。此實驗的目的在於探討本材料之熱穩定性與超 塑性質之間的關係。

### 2.6 微觀組織之觀察

本實驗主要以製程為重點,所以每經過任何一段製程步驟均需 要觀察其微觀組織的變化情形,以期能夠改善製程上的缺失與瑕疵 。試片經過研磨與拋光後,使用Keller's reagent (1.5%HCl + 10%HNO3 + 1%HF + water)與Boss reagent (10%HCl + 10%HF + water),腐蝕10至60秒,以 光學顯微鏡 (optical microscopy, OM)和 JEOL-JSM 6400掃描式電子顯微鏡 (scanning electron microscopy, SEM)來分別觀察材料微觀組織的變化與試片 拉伸後之破斷面形態之演變,另外也會設法利用裝置在SEM儀器上 的背向電子繞射儀 (electron backscattered diffraction, EBSD)來追蹤製程後及 超塑拉伸過程中之晶粒方向變化演進。 對於次晶粒之觀察,受制於SEM倍率的解析力,所以我們選擇 JEOL 200CX 穿透式電子顯微鏡 (transmission electron microscopy, TEM)來觀察 ,前處理則使用電解拋光(twin-jet)法,腐蝕液為HNO<sub>3</sub> 30 ml + CH<sub>3</sub>OH 70 ml之混合溶液。電解液溫度為-30℃,電壓值設在10 V,流率為2.5 l/min。

另外,材料經過高溫形變後,我們以SEM來觀察材料破斷面的 形態。由於材料大部分在接近起始熔點溫度(partial melting point)時,塑 性變形的表現均佳,在許多文獻中,學者都認為可能有液相(liquid phase)生成於晶界上,進而助以晶界滑移的順暢進行。所以,由觀察 試片破斷面可知變形機構之特性,進而佐證晶界滑移(GBS)機構在此 高溫狀態下所扮演的角色。

2.7 微織構觀察

我們所使用接附在JEOL-JSM 6400 SEM上之電子背向繞射儀EBSD 主要是用來分析晶粒取向、晶界角度及顯微纖構。此硬體設備乃是 SEM之附加套件,基本原理是利用不同取向之晶粒,得到背向電子 繞射圖,再由電腦分析這些繞射圖形,並轉成可用的矩陣形態數據 輸出,電腦再根據這些數據做各種有關取向與纖構的分析,在顏色 的區別之下,我們可以分析材料在經過不同拉伸應變之下,晶粒形 態的變化情況,以及分析材料在不同測試條件下,其主要變形機構 之屬性。

EBSD所用的試片製作略微嚴格些,除了試片表面在研磨時要 避免不必要的刮痕外,由於本研究材料多需要經過壓延的加工處理 ,在壓延中,由於滾輪和試片表面有摩擦力的作用,試片的表面和 試片中心的微觀組織也有差異,所以在研磨時,我們需要磨掉試片 表面約25%的厚度,來避免此微觀組織上的差異變數。接著,材料

需要經過電解拋光的步驟,電解液為80%乙醇,6%過氯酸素,以及 14%去離子水。而電解時,電壓值為25V,電流約為0.5A,溫度則在 5℃左右,然後以超音波震盪機清洗試片,完成試片的製作。為避 免材料表面因與空氣接觸而產生氧化層,影響觀察之品質,所以我 們通常在製作完試片之後,隨即進行EBSD的觀察。

在實際操作上,試片擺放至試片座時,須在乎其方向是否與電 腦之設定相符,以避免實驗結果的誤差。接著加速電壓至20kV,工 作距離(working distance)為19 mm,在影像中放大倍率約在5 kX~10 kX之 間,再找尋最佳的解析度,圖 2-12表示整個裝置系統之示意圖。值 得注意的是,每一次在更換試片時,須重新進行校正,在本儀器上 ,均以試片座旁邊之單晶緒(Ge)為標準樣本,找出正確之繞射譜中 心(pattern center),電腦以此校正系統來自動解讀後續之繞射譜。當我 們進行 mapping 時,選取與試片晶粒大小相符合之映相點尺寸(pixel size),以鑑定相鄰之晶粒間的晶界特性,掃描之區域會因映相點尺 寸的選取而有差異,一般映相點取的越大,則可掃描之區域也會越 大,反之可推。當電腦解析出來的映相點數目與所選取的數目越相 近,表示實驗數據越趨於準確,無法被解讀出的映相點可能因為同 時打到多顆晶粒,造成電腦無法正確判讀出晶體方位,所以選擇適 當的映像點尺寸是非常重要的。圖2-13顯示FCC 晶格結構經過壓延與 退火之後典型極圖以供作實驗之參考[115]。

# 第三章 實驗結果與討論

3.1 鑄造壓延材6061 鋁合金

3.1.1 微觀組織

(a) AR 試片

由中鋼公司所提供的商業用6061 鋁合金原始(as-received, AR) 壓延板材(加工方式如2.1節所述)中,我們直接車製成測試試片,沒有經

過任何熱機加工過程,為了和經過加工處理之後的試片做一比較與 區分,我們稱此部份為AR試片。我們將AR試片進行研磨、拋光與 蝕刻後,觀察原始晶粒之尺寸,如圖3-1所示,由於AR材料是經過 熱滾壓之板材,所以晶粒均為長條狀的結構,長軸約為400-600 µm, 短軸則為60-100 µm。我們可以藉由再加工的方式來細化晶粒尺寸, 並且比較不同加工方式對於晶粒細化之強弱程度。

(b) TMT 試片

在6061 鋁合金之熱機處理上,我們使用三種不同的加工方式, 第一種為每道冷滾壓之後在250℃下進行15分鐘之退火處理,每道壓 延量為10%(我們稱為CR1加工程序, 爾後均以CR1簡稱之);第二種 為冷壓至5mm厚度時加一道250℃, 30分鐘之退火處理(稱為CR2加工 程序, 簡稱CR2);三是利用中央大學歐炳隆教授實驗室之不同轉速( 上滾輪轉速為7.95 rpm, 下滾輪轉速為4.33 rpm)的滾輪冷壓延,一般稱 為非對稱滾壓(asymetrical rolling),過程中在20 mm及6 mm厚度時進行250 ℃, 30分鐘之退火處理(稱為CR3加工程序, 同樣簡稱CR3)。由這些 已加工後之試片在高溫超塑拉伸時之破斷面觀之, CR1-CR3 鑄造材料 幾乎均是以完全頸縮至一條直線的方式斷裂,顯示晶界滑移的行為 受到阻礙,所以會有頸縮現象發生。

經過大量滾壓加工的鑄造材料,晶粒型態仍不清晰,CR2和 CR3的形態又比CR1來的更差,主要是因為CR2和CR3由原始厚度壓 延到2mm厚度時,之間只經過一道退火的工作,而CR1則是每道壓 延間,均需要回爐退火,所以晶粒形態亦有差異。由CR1的TEM 照 片(如圖3-2)可知,次晶粒大小約為0.5µm~1.0µm左右。可是中溫時, 析出物Mg<sub>2</sub>Si 無法有效抑制晶粒成長,反倒是阻礙差排滑動以補償晶 粒滑移,在高溫時,此析出物又溶回基材,在高溫的影響下,晶粒 成長的速度更是不利於晶界的滑移,我們可以由表3-1整理出TMT試

片在高溫時,晶粒的成長情況,所以即使在高溫時,擴散機構易於 活動,材料趨於高的變形量,但是材料經過一段時間之變形,晶粒 便快速成長,無法再進行晶界滑移,衹好以一般高溫潛變方式變形 ,最後以嚴重頸縮到一條線而提早斷裂。

(c) ECAE 試片

經ECAE 加工之試片以TEM 觀察經過12 道等徑轉角擠製後的微觀組織,我們發現橫向 (transverse direction,或x面)方面,呈現等軸的晶粒,約為 $0.3 \mu m 左 右 (如圖 3-3a 所示),而沿擠型方向 (longitudinal direction,或y面)之晶粒形態則有被拉長的現象,短軸仍維持<math>0.3-0.5 \mu m$ ,而長軸則有 $1-2 \mu m$ 的大小(如圖3-3b所示)。材料在經過高溫測試後,由於微結構裡面的析出物均熔回母材,又沒有高溫強化相以抑制晶粒成長,所以在 $550 \, ^{\circ}$ C以上之高溫測試後,晶粒均超過 $10 \mu m$ 以上,在 $550 \, ^{\circ}$ C時,晶粒尺寸約為 $10.5 \, \mu m$ ; $610 \, ^{\circ}$ C時,則約為 $14.2 \, \mu m$ (如表3-1所示)。

3.1.2 室溫之機械性質

由中鋼所提供之6061 鋁合金壓延板材中,我們車製成拉伸試片,來了解原始材料的機械性質,由圖3-4中,我們可以發現此經過熱 滾壓後之原始材料,其極限拉伸強度為285 MPa,而室溫之伸長率約 18%,為了解材料的基本性質,我們將此材料進一步做T6熱處理, 於氣氛爐內恆溫530℃,2小時後水淬,再置於油浴爐內,施以恆溫 160℃,18小時之時效處理,經室溫機械性質之測試,由圖3-4中得 其降伏強度與極限抗拉強度分別為253 MPa和298 MPa,伸長率則降為 11.5%。此結果與金屬手冊(Metals Handbook)記載的6061 鋁合金經T6處 理之降伏強度值(260 MPa)、極限拉伸強度值(300 MPa)及室溫延展性為 12%均非常相近。當這些AR試片進行TMT處理後,由圖3-5可知,所

有經過TMT處理之後的室溫強度均降低,這主要是因為材料在TMT 過程中,曾被施以固溶處理,有些材料又再施以250℃下共48小時的 過時效處理。我們可以由圖發現隨著壓延加工量的增加,強度也會 略微增加,當壓延到2mm厚度時,亦即加工量為2.71時,UTS強度約 為230 MPa;當壓延到1mm厚度時,亦即加工量為3.4時,UTS強度則 為270 MPa。在此,我們特別比較1mm厚度沒有過時效處理之試片, 同樣經過ε=3.4的加工量之後,其UTS強度可以增到290 MPa,由此可 知,過時效處理降低材料之強度,目的在便於壓延加工的順利進行 ,使材料在加工時,較不易於龜裂。這些TMT加工之後的試片之室 溫拉伸率均約在17%-20%之間,在室溫下均有不錯的延展性。

至於在室溫等徑轉角擠製之試片,經過室溫測試,其UTS強度 高達355 MPa (如圖3-6所示),主要是因為晶粒被細化至非常小的尺寸 ,由Hall-Petch理論,這現象是可以理解的,其伸長率約為22.5%。將 此材料進行T6熱處理,方法同上,則UTS強度與伸長率分別為289 MPa和25%。強度與ASTM規範之300 MPa相近,但伸長率較佳,室溫 之延性有改善的情況。我們將上述室溫機械性質之數據整理於表3-2 裡,以利於數據之比較。

3.1.3 中高溫之機械性質

為區分各溫度與應變速率區域的性質,以方便往後之分析,我 們將400℃(含)以下之測試溫度稱之為中溫區域,而400℃以上則稱為 高溫測試;應變速率在1x10<sup>2</sup> s<sup>-1</sup>以下稱為低速測試,而在1x10<sup>2</sup> s<sup>-1</sup>(含) 以上者,稱為高速測試。

(a) AR 試片

首先,我們將未經過熱機加工之AR鑄造6061 銘合金進行升溫的拉伸試驗,試片厚度為2mm。在中溫的測試中,我們發現300℃時 (圖3-7),不論低速或高速,最大流應力均高於100 MPa,真實應變值
也低於 0.2 (伸長率約為25%)以下,中溫延性不佳,與同樣來自中鋼公司的 AR AI-Mg 系 5083 合金原始材 (測試條件為300℃,1x10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>),其伸長 率有超過140%之表現[82-84],兩者相差很大。在500℃時(圖3-8),應 變量可提升至 0.6 (~82%)左右,當速率增加到1x10<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup>時,應變量沒有 明顯改變,綜合圖3-7與3-8,此材料似乎難以如固溶類 AI-Mg系發展 低溫超塑性,這是因為析出類6061 銘合金晶粒內在低溫時存在不少 均匀析出之 Mg<sub>2</sub>Siβ'相 (如圖3-9所示),使差排補償步驟不易順暢進行 ,造成晶界滑移不易進行,也易產生裂孔而提前斷裂,倒是高溫高 速(1x10<sup>2</sup> s<sup>-1</sup>)超塑性或許比較容易達成(比較圖3-10),所以本實驗室決 定將此材料往高溫高速超塑性發展。對於此原始鑄造壓延合金之室 溫與中高溫拉伸結果之數據,整理於表3-3內。

(b) TMT 試片

在CR1的部分,由圖3-11中,400℃的曲線顯示應變速率慢者具 有較佳的延性,再看圖3-12,在500℃的測試下,顯然速率愈快,延 性愈佳,在1x10<sup>-1</sup>s<sup>-1</sup>的條件下,應變量可到0.8 (~123%)左右,高於原始 材的變形量,但5x10<sup>4</sup>s<sup>-1</sup>卻不到0.6 (~82%),這之間可能有一變形機構 的轉變,也可能是牽涉到高溫晶粒成長之故,在500℃時,需較快速 率拉伸才適合,由此我們大膽預期,在高溫高速下,會有較佳的延 性發展。圖3-13與圖3-14分別是起始應變速率5x10<sup>4</sup>s<sup>-1</sup>與1x10<sup>-1</sup>s<sup>-1</sup>下,針 對不同溫度所整理出來的應力與應變曲線圖,溫度越高,流應力越 低,在5x10<sup>4</sup>s<sup>-1</sup>低速下,尚不能看出延性之趨勢,或因晶粒成長甚多 ,但在高速1x10<sup>-1</sup>s<sup>-1</sup>時,高溫的測試下,延性就有明顯的改善。有關 CR1之拉伸數據,整理於表3-4內。在此部份中,我們也嘗試將(CR1) 材料壓延至1mm厚度,從數據顯示出這樣的再加工方式對於中高溫 測試時的變形行為在最佳情況下(500℃,1x10<sup>-1</sup>s<sup>-1</sup>),只有從應變量0.8 (126%)改進至將近0.9(157%)左右,改善情況並不甚明顯(如圖3-15所 示)。

這種情形在CR2的測試下亦有類似情況的發生,圖3-16中在300 ℃時同樣顯示低速延性優於高速延性, 在 500℃時(如圖 3-17)卻是高速 延性比低速時為佳。值得一提的是, 500℃, 1x10<sup>-1</sup>s<sup>-1</sup>時,應變量為 0.9 (~145%),又更加突顯高溫高速超塑性的趨勢。另外在此部份裡, 我們也曾給予滾壓後之材料進行300℃之靜態退火處理,由於材料大 部分都在冷壓延的情況下加工,從TEM與EBSD的觀察與數據分析中 ,我們知道材料存在許多低角度的次晶粒,加一道爐內恆溫300℃下 不同時間(1hr 與2hr)的退火處理,就是為了能改善微觀組織,使其 能有利於高溫的變形行為,然而從圖3-18看來,情況並沒有明顯的 改善。有關CR2之拉伸數據,整理於表3-5內。除此之外,我們也嘗 試進行二步(two-stage)拉伸試驗, 先在低溫(150-250℃)下給予材料預拉 力 (preload),速率為 5x104 s1,待實驗曲線 到達最高點 時停止實驗 進行 ,再升至高温拉伸,情況依然不見改善,反而較差,在500℃與1x10 <sup>2</sup> s<sup>-1</sup>下,伸長率約只有100%左右。由圖 3-19可看出m值很小,高溫時 只有 0.14~0.18,低温時更 是 低 於 0.1,顯 示 出 不 佳 的 延 展 性 ,其 斷 裂 方式主要是破斷區頸縮成一線之非超塑性破壞模式。

在此鑄造壓延材研究的過程中,針對文獻上各種加工方式均能 有效改變材料的微觀結構,進而有利於超塑性的發展,所以本研究 也欲曾試發展新的加工製程來改變加工參數,所以決定用不同轉速 的滾輪壓延材料(CR3),期望材料經過特殊的加工方式來改變微觀結 構,使其能對鑄造6061鋁合金之高溫超塑性發展有所幫助,可是經 過測試後,並無改善情況。對於CR3之拉伸數據,整理於表3-6內。

在文獻裡面,我們常常可以發現6061 鋁合金在更接近起始熔點 溫度(incipient melting point)時,在超塑變形上也有不錯的表現,學者們 的認定在於晶界中有液相存在的因素。少量的液相在晶界中串流, 而致使晶界滑移的順暢進行,材料因而均勻變形,而沒有局部頸縮 (local necking)的現象發生。本實驗室樓百堯(Lou)學長其博士論文[103]

也曾進行相關的研究實驗,測試溫度為較高之550-610℃,並有完整 的數據整理(表3-7),而此材料的加工方式即為CR2之加工製程,所 以我們可以將此部份的數據一起放置於此,並與前面測試溫度為25-500℃的數據連串在一起,以利後續的比較與分析工作之進行。由表 3-6可知,Lou [103]所作的實驗溫度更高,而6061 銘合金的起始熔點 溫度約為582℃左右,其所測試的溫度有些更高於此界限,所以液相 的存在是可以理解的,由表的數據顯示,在起始熔點溫度上下時 (570℃與590℃),材料在高速和低速的測試下均有不錯的伸長率,約 有200%左右,中速較差,顯然在整個曲線上出現了兩個峰,但溫度 再往上走時,由於大量的液相產生,晶界間的表面張力失去效用, 容易產生晶界分離(decohesion),材料因此提前斷裂。

(c) ECAE 試片

在微觀組織的觀察後,我們清楚看出經過等徑轉角之擠型的材料具有非常細小且分布非常均匀的高角度晶界關係,所以我們認為此材料除了先前本實驗室樓百堯學長研究出高溫高速超塑性(590℃, 5x10<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup> 有 220% 之最佳伸長率)外,應該可以具備低溫超塑性之能力, 所以對此材料,我們以低溫之機械性質為主要的研究方向。在應變 速率 1x10<sup>3</sup> s<sup>-1</sup>下,針對 200-400℃不同溫度所測試後的結果,我們發現 ,隨著溫度的升高,伸長率越佳,最好約有140%左右(如圖 3-20 所示) ;相對的,我們在 350℃下進行不同應變速率的測試,所得到的結果 是速率越低,伸長率越好,最佳約有150%左右(如圖 3-21 所示),由這 兩種趨勢看來,即使已有非常細小之晶粒,但材料要往低溫發展超 塑性,可能有其困難性。表 3-8和 3-9分別是 ECAE 材料在低溫與高溫 測試之數據整理。

3.2 粉末冶金製程之6061 鋁基材料

3.2.1 微觀組織

(a) PM 6061A1

在粉末製程方面,首先我們將單一粉末6061 鋁粉放入真空熱壓 機內熱壓成形出塊錠,熱壓過程所使用的條件均與添加強化相的粉 末冶金製程想同,用以成為適當的實驗對照組。熱壓後的金相照片 顯示出晶界處存在大量的孔洞,與前面相同,鋁粉經過熱壓後的晶 粒尺寸變化不大(如圖3-22)。材料再經過擠型比為42:1的擠型過程, 由 SEM 的 照片 (如 圖 3-23) 看 出 孔 隙 的 分 布 相 當 廣 , 從 這 些 孔 隙 的 分 布 中,我們可以約略看出晶粒因為受到大量的擠型應變,在擠型後段 之晶粒大小相較於前段,確有細化之趨勢,但似乎接合情況仍然不 甚理想,相較於加入少量納米級強化顆粒SiC或SiO,之強化材而言, 顯然強化材之接合較佳,可能是這種納米粉粒SiC或SiO,似有催化燒 結之作用,對於6061 鋁粉之表面有如加燒結催化劑之效果,而這些 納米級小顆粒在擠型過程中,因塑性流而滲入6061 AI大顆粒中,有 助於破壞 6061 AI 顆 粒之表面,進而使得 6061 AI 大顆 粒間較易接合起 來。而由TEM照片觀之(如圖3-24(a)與(b)所示),在擠型的前段,晶粒 大約有4-6 µm 大小,而且時而呈現拉長狀;在後段部份,晶粒大小 則為2-4 µm,且形狀較為圓球狀,這可以理解後段的擠型比前半段 更能使材料達到細化晶粒的作用。當然,為了進一步對照所有的粉 末冶金製程材料,此PM 6061 鋁擠型棒材仍須經過室溫冷壓延的加工 ,當此材料分別被冷壓延到2mm與1mm厚度時,樣品也同樣以TEM 觀察結構的變化, PM 6061 材料在2 mm 厚度時, 如圖 3-25 (a), 晶粒大 小為1-2 um, 而當PM 6061 材料被壓延到1 mm時, 如圖3-25 (b),晶粒 則為0.5-1 µm 左右。

為了了解未加入強化相的材料在高溫時晶粒的變化情況,我們需要做的工作是對此材料施以靜態退火 (static annealing)處理,分別在

300℃,500℃與550℃時靜態回爐一小時,並觀察晶粒成長的趨勢。 在300℃時,晶粒尚能維持在1.5µm左右(如圖3-26所示),但隨著溫度 的升高,在500℃靜態退火後之試片已經無法從TEM觀察出晶粒之大 小,顯示在沒有任何強化相添加的PM 6061 鋁材在500℃以上的高溫 ,晶粒成長相當快速,由表3-1之數據可知PM 6061之晶粒大小隨溫 度增加之成長狀況。

#### (b) PM 6061Al/SiC

在粉末混合納米粉粒部份,本實驗一開始是著手於6061 鋁粉加 上 lvol%納米級SiC的粉末冶金研發。由PM製程的材料(經真空熱壓成 形與擠型比為19:1之高溫擠型),經過高溫拉伸的試棒雖然延性表現 尚不佳,但是斷口面已沒有頸縮的現象,而是由裂孔所造成的斷裂 ,這樣的現象似乎可以發現加入SiC納米級顆粒對於整個微結構的改 變,從SEM照片(如圖 3-27)中,我們可以看到經過真空熱壓後的結構 ,晶界上的裂孔很多,可能是粉末間之接合(bonding)情況不佳,所以 即使在擠型時,裂孔會出現在大顆粒旁邊(如圖 3-28 (a), 3-28 (b)所示) ,無法消散,這可能是導致PM材料在高溫時缺乏較好的變形量之因 素。由於當時對於PM材料的製程才剛開始,尚無法得到充足的證據 和理由來解釋此現象。

粉末冶金之製程參數相當多是眾所皆知的事,在無法順利得到 理想的微結構情況下,從頭一步一步來找尋問題的關鍵是個刻不容 緩的工作,在圖3-29中我們似乎發現微觀結構裡,常常出現一些大 顆粒(~5-10 μm),表面平整光亮的不純物存在,在大量加工應變之後 ,這些不純物的旁邊多出了大小不一的裂孔,或是在研磨、抛光方 向拖曳出一條刮痕,表示此不純物有相當的硬度,才造成如此的裂 孔現象,所以我們開始預測此不純物的來源,並想法改善之。由混 粉的過程中,我們預期不會因為外在不純物掉入混合簡裡,所以原 始6061 銘粉和SiC陶瓷粉是我們檢查的重點之一,另外,使用在熱壓

製程之潤滑劑氮化硼 (BN) 粉粒也一併列入檢查範圍。在SEM 的觀察 中(如圖 3-30 所示), BN 粉粒的大小呈現針狀, 在之前的結構裡不曾 發現此散佈物,所以BN 粉粒確實沒有進入微組織裡;而 6061 銘粉均 呈現圓球狀,沒有平整狀的不純物在裡面。但是,當我們檢查到納 米 SiC 粉粒時,雖然非常細小的粉粒均會有聚集的現象,但之前所發 現的平整大塊5-10 μm 的顆粒竟可在四處發現其蹤跡(如圖 3-31 所示), 顯然加入銘粉裡,當作強化相的納米陶瓷粉末出現非預期的大顆粒 不純物。經緊急連絡廠商後,在無法立即得到理想之SiC 陶瓷粉下, 我們決定使用他種陶瓷粉,而且在品質上有相當的穩定性,即為 SiO,陶瓷粉末。

(c) PM 6061Al/SiO<sub>2</sub>

當我們發現原始SiC粉末有顆粒分布不均之情況後,即想找尋管道意圖改善,然廠商對於如此小顆粒又要分布均匀的陶瓷粉材料 著實難以提供,在進一步之研究後,我們發現納米SiO2似乎可以替 代此方法,而且可以達到我們要求的粉末標準,所以接著我們便開 始著手進行6061/SiO2的混粉工作,方法亦如同前面的溼混。

首先,我們將混好的粉末以SEM 觀察,如圖3-32,每一顆銘粉 外面均沾黏了二氧化矽粉末,除了少數聚集(clustering)現象的發生, 鮮少再發現有大顆粒塊狀不純物存在,這種情況正是我們所需要的 標準,接下來就是要靠一些加工的手段來分散這些聚集的粉末,使 其均勻散布在微結構裡,當加工量到一定的程度,散布強化顆粒也 會均勻分布到預期的標準。

接著我們要作的是觀察在不同加工的過程中,其晶粒大小的細化情況。混好的粉末,經過600℃真空熱壓後,銘粉大小約和原始尺寸相差無幾,為10-20 µm 左右(如圖3-33 所示),在晶界中會發現散布 在其中的納米 SiO2 強化相。接著材料經過一道熱作擠製(500℃)過程

,在這裡,為了增加一道擠型時之加工量,我們分別用42:1與100:1 等兩種擠型比來加工,而不作擠型比19:1的部份。由圖3-34與圖3-35 可知,42:1與100:1的晶粒大小分別為6±2μm與4±1μm,此外,在42:1 的擠製中,我們也對於擠製前後端的微結構作一觀察,圖3-34(a)為 最前端,前端由於受應變較不明顯,所以晶粒大小改變有限,約為 8μm左右;另外由圖中可以看出,在晶粒內部,我們似乎可以觀察 出析出物有圍繞成次晶粒(subgrain)的傾向;而後端受到的加工量很 大,所以在圖3-35(b)中可以明顯的看出,晶粒確實細化至4μm左右 ,在此兩圖中,二氧化矽強化相的聚集依舊存在,但有慢慢在改善 中。

擠製出來的材料表面具有平滑光澤,且顯少有熱裂的現象發生,似乎可以說明強化相的聚集現象有改善的趨勢,否則在如此大量的應變下,只要有大聚集的現象發生,表面就難有如此平整光滑的現象。本實驗室過去在金屬基複合材料的擠製過程中,就常會發生如此熱裂的現象,對於超塑變形會有負面影響。不過,雖然大聚集的現象是消除了,但微小的裂孔相對會因大加工量的因素而產生,所以在微觀結構上,不難發現有這些缺陷存在。

對於這些缺陷,可以藉著再加工的方式來加以改善之。通常我 們會再進行滾壓的方式,由不同擠型比擠製出來的棒材直徑分別為 10 mm (42:1)和6.5 mm (100:1),將他們再分別進行室溫冷壓延和溫壓延 (300°C)的工作,為了進一步了解材料在不同壓延條件的過程中,其 微結構的變化情況,我們在冷壓延到4 mm厚度時將材料以TEM觀察 之,如圖3-36 (a),然後再進行退火回爐的工作,同樣以TEM觀察, 如圖3-36 (b),室溫冷壓延材料在沒有退火之前,結構形態是不清晰 的,但經過300°C,30 min 的回爐,晶粒形態趨於穩定,此時晶粒大 小約在1  $\mu$ m左右;而中溫壓延料在此厚度尺寸時,結構形態比冷壓 延材更加清晰,所以在300°C,15 min 的回爐後,結構形態不至於有 太多的改變,這可以由圖3-37 中 (a)與(b)圖看出,晶粒尺寸也約在1-2  $\mu$ m上下,所以材料在此溫度下經過15 min 的回爐只會讓結構形態愈

加well-defined,而不會造成晶粒明顯得成長。兩種壓延的方式第一次 終止在2mm厚度,同樣以TEM觀察之,我們發現到此時不論哪種方 式的壓延結果(如圖3-38所示),結構形態雖仍是不清晰的,但比較先 前壓延到4mm厚度而未退火時的結構形態,顯然情況較為改善,晶 粒大小隱約可量測大概為1-2μm左右,當然由於最後一道的壓延不 需回爐,所以這樣的結構形態是可以理解的,從繞射圖形可以觀察 到低角度晶界為主的微組織結構。

材料在被壓延到1mm厚度的情況下,冷壓延材料的結構形態在 TEM之觀察下顯得較不清晰,在大顆的晶粒裡面,有許多剛形成的 次晶粒形態,大小都在0.5 µm以下(如圖3-39);而溫壓延材料的結構 形態看起來則似乎較為well-defined,晶粒大小也多在0.5-1 µm左右(如 圖3-40)。在經過完整而大量的壓延加工過程之下,我們發現不管冷 壓延或是溫壓延的加工方式,晶粒很明顯的達到細化的作用,而且 與前面文獻所指ECAE和torsion等大量加工的方式所得到的晶粒尺寸 非常接近。在高溫的環境下,如果這些強化相能夠成功扮演好抑制 高溫晶粒成長的角色,那麼我們所預期的高速超塑性,或可能像金 屬基複合材料一樣有不錯的表現。

這些壓延完成的材料隨即要接著進行室溫輿高溫的機械性質測 試,我們想預知這些材料在高溫長時間的測試下,結構晶粒的成長 情況,所以分別將冷壓延與溫壓延材進行不同溫度下10分鐘與1小 時的靜態退火實驗。在冷壓材部份,如圖3-41所示,在300℃時經歷 成長不甚明顯,圖3-41 (a)中顯示晶粒大小約在1.5 µm左右,而500℃ 時,成長到2~2.5 µm左右(如圖3-41 (b)所示),在550℃置放1小時後(如 圖3-41 (c)所示),晶粒大小仍維持在3 µm以下,當溫度達590℃時,不 論材料置於氣氛爐10分或1小時(如圖3-41 (d)和 (e)所示),晶粒的成長 均不甚明顯,約略在3 µm左右,未來在進行高溫高速測試時似乎尚 可接受,因為整個實驗的結果約可以在一小時內完成。在溫壓材部 份,如圖3-42 (a)所示,在低溫 (300℃)的退火時,晶粒同樣沒有明顯

成長,同樣在比較高溫之500℃下進行1小時的退火處理(如圖3-42(b) 所示),晶粒的大小仍可維持在2µm左右,我們同樣將上述各種情況 的晶粒尺寸整理於表3-1中。這樣的結果顯示不管冷壓延或溫壓延之 加工方式,材料長時間在高溫的暴露下,仍可維持穩定的晶粒大小 ,這樣的情形很像複材,所以我們同樣預期納米強化材在高溫高速 測試下,或會與複材一樣,有較佳的超塑行為,而這樣的預測仍須 高溫機械性質之測試來加以佐證。

除此之外,有了上次碳化矽的經驗,我們客觀的再次了解一下 ,二氧化矽在如此大的加工後,他們的變化情形是否能有效均勻散 布。在合理的要求下,二氧化矽的分布在微觀組織之觀察下算是達 到理想的標準,我們可以從更高倍率的TEM觀察,大部分的顆粒大 小還是維持在100 nm以下,當然局部的聚集現象是不能完全避免的( 如圖 3-43 所示)。所以,在初步的認定上,我們認為加入的強化顆粒 已經達成我們所要的標準,接下來就需要機械性質的加以佐證,讓 我們了解到這些強化顆粒在高溫的測試條件下,他們所能發揮的功 效能到怎樣的一個程度。

3.2.2 機械性質

(a) PM 6061Al

單一粉末6061 AI 由真空熱壓成形後之塊錠,經由42:1 的擠型後 ,直接進行室溫冷壓延處理,壓延到1mm厚度,在室溫的機械性質 方面,經過最終壓延的試片,強度約為273 MPa,伸長率為20%左右 ;而再經過T6 熱處理的試片強度顯得更弱,延性則相近。此結果與 一般預期的現象不符,需要再做進一步的了解。在高溫方面,所有 的測試結果跟原始6061AI 鑄造材均有相當大的差異,在550℃與1x10<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup>時,此PM 6061AI 經42:1之擠型與室溫冷壓延的材料只有30%高溫變 形量,在570℃與5x10<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup>時(如圖3-44所示),變形量則為36%,可是到 了 590 ℃與 5x10<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup>時,伸長率則驟減到只有 5%,顯然材料不再因更接近熔點溫度,而表現出更優越的超塑性。由之前 TMT-CR2 鑄造材料在相同條件之下所做出來的結果均有超過150% 以上,甚至有高達190% (570 ℃, 5x10<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup>)的表現看來,兩者相距甚遠。

我們認為,由粉末冶金製程出來的樣本,除了本實驗室所使用 的真空熱壓機熱壓程度的限制外,本身具備的不穩定參數也相當多 ,比方在結構內部氣孔的分布與數量,元素組成的差異等粉末製程 上的缺陷,再加上高溫時晶粒的快速成長,所以粉末冶金材料的結 果無法和鑄造材作一有效率的比較,但對於同樣來自粉末冶金的製 程,我們在組成上略加入微量的強化顆粒,整個機械測試的結果就 有顯著的改善,原因如3.2.1 (a)節所述,如果添加納米粉粒當強化顆 粒,其亦可扮演燒結催化劑之角色,如此,在加工過程時,顆粒可 因塑性流而滲入鋁粉內以破壞鋁粉表面,進而強化鋁粉之間的接合 能力,而相對於沒有添加強化顆粒之PM 6061 則有較差的接合能力。 所以,由此部份不加入任何額外組成的材料來詮釋加入強化顆粒的 材料,即成為最佳的實驗對照組,證明在原始組成上稍作一些修正 ,不像金屬基複合材料需要加入大量陶瓷粉末的比例來煉製新興材 料,在成本的節省上會是一個不錯的考量。

(b) PM 6061Al/SiC

對於粉末冶金材料的新研究,我們希望以6061 銘粉加入少量納 米級顆粒的陶瓷粉末作為強化相,以抑制高溫測試所造成的晶粒快 速成長,進而有利於晶界的滑移之啟動模式。此處與金屬基複合材 料(MMC)最大的不同處,在於我們不是加入15-25 vol%,大小約為1 µm的陶瓷強化物,反倒是加入僅有10-100 nm納米級的陶瓷細粉,而 且加入量約只要1 vol%,主要的目的也就只是讓這些少量的小顆粒強 化相在高溫下,一方面可以達到抑制晶粒快速成長的功效,又由於 顆粒甚小,所以即使加入的成份是陶瓷粉末,也不至於造成變形時

大量而粗大的裂孔生成。

有了此想法之後,我們第一步所選擇的,即為金屬基複合材料 在發展超塑性時常常使用的SiC陶瓷粉末,但我們需要的粉末粒度更 細小,其粉末之顆粒大小約只有 30-50 nm。室溫方面的資料較少,基 本上,當材料於 300℃經過 19:1 的擠型後,我們曾經做過室溫的機械 性質,如圖 3-45 所示,其強度大約為 240 MPa,伸長率則有近 30% 左 右,由於此時材料是屬於在中溫加工後之狀況,並非T6狀況,故強 度並不適合與鑄造材 T6試片相比較。而在 500℃的機械性質測試中( 如圖 3-46 所示),我們還是能發現材料具有高溫高速發展的潛力,在 高溫 (500℃)高速(1x10<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup>)的拉伸條件下,已可高達應變量 0.65 (~93%) 的表現,我們將此部份的實驗結果顯示於表 3-10 中。目前混粉的變 因有很多,對於混合兩種尺寸差異相當大的粉末,最大的關鍵在於 混合的均匀度,由於小顆粒的 SiC 會有聚集的效應,使用一般球磨乾 混的方式似乎無法達到理想的結果,所以使用 溼混的方式是 本實驗 室比較傾向的作法,在先前複材的製程方面也確實發現有明顯的改 善[7.8]。

在擠製方面,我們進行 300 ℃的擠形較不合乎 6061 紹合金的擠 製溫度(一般是 500 ℃),而且擠形比 19:1 的真實應變量只有 2.93,約等 於鑄造合金由 30 mm厚度經冷滾到厚度 2 mm 所經歷 的真實應變量 (2.71),在同條件的拉伸過程下,約可得到相近的伸長率,但是斷裂 的方式完全不同。一般認為由熱壓出來的壓形圓柱體常有裂孔的產 生,這可能是造成 PM 材料在拉伸過程中沒有頸縮而以裂孔串聯成大 孔洞的方式而導致斷裂的原因,在加強混粉與加工技術之下,改採 500 ℃擠型溫度,並施以擠型比 42:1 之高擠型變形量,在 500 ℃ 的高溫 拉伸實驗下(如圖 3-47 所示),材料仍有往高速超塑性的趨勢發展,但 與先前較低溫的擠型加工比較,數據略有不同,而當應變速率在 1x10<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup>時(如圖 3-48 所示),我們分別比較不同的測試溫度下所得到的 結果,雖然沒有清楚顯示出隨著溫度增加而有較好的數據,因為在 590 ℃測試時,伸長率便降了下來,但大觀而言,材料在越接近熔點

溫度,越有較佳的塑性變形。根據先前日本在PM之金屬基複材之相 關研究[116]顯示,熱機形變量愈高,強化顆粒分佈愈均勻,晶粒也 愈well-defined,高速超塑性則愈佳,因此,原本我們希望再加上不同 程度之室溫冷滾壓及中溫滾壓,使熱機處理之變形量再大量累積, 但此時我們已經發現碳化矽粉粒的大小不均一,所以即使再進行下 去,我們不認為會有更好的結果,因為原先在大顆粒不純物周圍因 加工而產生出來的孔隙將會因再加工而繼續成長,絕對不利高溫的 塑性變形,這可能就是造成材料在590℃時伸長率驟降的原因,所以 本實驗室將接下來的工作轉向研究添加粉粒大小較均勻之納米級 SiO,強化顆粒在鋁粉裡的效用。

### (c) PM 6061Al/SiO<sub>2</sub>

加入納米 SiO, 強化顆粒的 PM 製程材料經過嚴厲的擠製與壓延, 最後的尺寸厚度分別為2mm與1mm兩種,在機械性質的測試上,我 們針對不同的加工過程都給予適度的檢測。首先我們必須了解不同 製 程 加 工 出 來 的 樣 品 在 室 溫 的 表 現 , 在 1% 納 米 SiO, 的 強 化 相 添 加 之 下,經過500℃擠型比42:1的棒材室溫強度為213 MPa,延性大約有 25% 左右 (如圖 3-49 所示),當經過適當的均質化與T6 熱處理 (條件如前 面所述),此材料的室温强度可以達到343 MPa,而延性稍降到23.5% , 不僅強度提升, 連室溫延展性都有很好的表現, 但材料再經過冷 壓延至2mm厚度後,而未經過T6熱處理前,片材室溫強度為277 MPa ,伸長率為18% (如圖3-50所示),經過均質化與T6熱處理後,室溫強 度沒有改善,約為275 MPa,而伸長率則提升到27%左右,這可能一 方面是在壓延中,內部增加小裂縫缺陷,另一方面複材之T6尖峰時 效強度已不出現於160℃與18小時之條件,因強化顆粒的存在會增加 差排數,而使得時效加速進行,故此強化材經T6熱處理,可能已是 過時效之狀況。另外,我們也曾以3%納米SiO,的添加量加入母材, 同樣冷壓延到2mm厚度,再分別查驗有無熱處理對室溫機械性質之 影響,圖 3-51 中顯示,未施以 T6 熱處理時,室溫強度高達 328 MPa,

伸長率則非常小,只有5%左右(如圖3-51所示),但經過T6熱處理後,室溫強度為245 MPa,伸長率則增加到25%以上。

再來,我們就以不同擠型比所車製出的棒材來分別加以中高溫 之測試,在42:1的擠製部份,以圖3-52為例,隨著溫度增高與應變速 率的增快,塑性變形的能力也越好,在550℃,1x10<sup>-1</sup>s<sup>-1</sup>的情況下, 伸長率約可達到150%以上,由於擠製加工的應變量有限,為了增加 應變量,以達到理想的結果,我們還會再給予適當的加工,所以通 常擠製後之機械性質的結果可以讓我們預知材料可以產生超塑行為 的條件趨勢,如此,在接下來的測試下,會幫助我們立即掌握正確 的資訊。

在擠型比為100:1部份,我們進行 500℃的擠製加工,在500℃之 測試溫度下,針對不同的應變速率,我們同樣得到材料有往高速超 塑性的趨勢發展(如圖3-53),在1x10<sup>3</sup> s<sup>-1</sup>下,變形量約為31%,而在 1x10<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup>下則是67%,顯然趨勢是相對存在的,但與擠型比42:1的結果 相較之下,仍有段差距,我們認為可能是一道的加工量太多,導致 強化顆粒來不及均勻散布,又因為累積的能量太高,導致裂孔現象 急遽增加,結果材料就提前斷裂,一般還是認為嚴重的裂孔現象是

擠型材再經過幾道的壓延加工,最終厚度分別為2mm與1mm兩種,而其中又分為室溫冷壓延與中溫(300℃)壓延兩種不同的壓延條件,下面就以兩種不同的擠型比作一區分:

(I) 擠型比42:1:

在中溫壓延部份,擠型棒材從10mm直徑的原始尺寸開始壓延,每道壓延量為1mm厚度,在7mm與4mm(或2mm)厚度時,在300℃下回爐退火15分鐘;而室溫冷壓延則是每次壓延量為1mm厚度,同

樣在7mm與4mm (或2mm)厚度時,均以300℃退火30分鐘,共2-3次的 退火程序。42:1擠型比的材料在經過壓延之後的部份,在中溫(400℃ 以下)機械測試方面,不論冷壓延或溫壓延的加工材料,其中溫的機 械性質在低速率的拉伸條件下(如圖3-54),伸長率甚至可以達到100% ,強度方面也沒有明顯的趨勢來區分不同加工方式造成的差異性。

在高溫方面,可以先整理出2mm厚度試片所作的數據。在中溫 壓延方面,我們進行500℃,1x10<sup>2</sup> s<sup>1</sup>的測試(如圖 3-55),結果伸長率 只有40%,但在相同的條件下進行冷壓延材料的機械性質測試(如圖 3-56),變形量即增加到160%,而且兩組試片都在重複測試後所得到 的相同數據,此處可知冷壓延材在高溫實驗下比中溫壓延材有較好 的超塑變形。所以我們再將冷壓延材進行更高溫度的測試,得知, 在550℃,1x10<sup>2</sup> s<sup>1</sup>下有191%的變形量,甚至在更高速時(1x10<sup>1</sup> s<sup>1</sup>),伸 長率可達210%左右(如圖 3-57所示),在此發現,自行研發出來的PM 材料已經可以達到200%以上的水準。我們進一步提升更高的溫度到 590℃,在1x10<sup>1</sup> s<sup>1</sup>下,試片伸長量可以達到215%左右,而且可以改善 的空間還很廣,所以將材料壓延到1mm厚度或是更薄的厚度尺寸, 即成為我們主要的研究目標。2mm厚度冷壓延材之拉伸數據整理於 表3-11。

在1mm厚度部份,我們一開始先模擬2mm厚度試片較好的數據 中,所作的冷壓延加工條件,每道壓延量為1mm厚度,分別在7和4 mm厚度時在300℃下回爐30分鐘,最終厚度為1mm,在所測試的條 件下,雖然沒有明確的方向指出較理想的測試條件,但由表3-12之 數據上看來,在高溫下越往高速拉伸發展,越有不錯的表現,而且 在伸長率200%以上的結果,幾乎都能輕易達到,圖3-58是在550, 570和590℃三個溫度下,針對不同之應變速率所作的真實應力與應 變圖,其中最佳的結果是在590℃,5x10<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup>時,伸長率達284%左右。

此材料在確定研究的方向之後,我們要回歸原始的基本訴求,

亦即,我們希望研發的目的在於以最經濟的方式發展新興有用的材料,所以在加工方面,在可以節省時間與避免材料因壓延加工而裂解的前提下,我們再次選擇300℃時,作中溫壓延(不需如室溫冷壓 延般,要花時間等材料降至室溫後再進行壓延)與提高每道的壓延量 ,並且材料也分別在7,4與2mm厚度時,以300℃,15分鐘回爐共 三次,每道壓延量為30%以上,最終的厚度為1mm,在高溫測試下 ,伸長率也多在200%以上,圖3-59是在550,570和590℃三個溫度下 ,針對不同之應變速率所作的真實應力與應變圖,其中在590℃, 1x10<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup>的情況下,變形量更可達到304%左右,在同溫度下再次提高 變形速率到5x10<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup>時,變形量也有273%的表現。這種加工方式所生 產之材料與冷壓延的材料比較時,並不能看出兩者有顯著的差異, 但此種中溫壓延的加工方式顯得較有效率。1mm厚度之溫壓延材高 溫拉伸數據整理於表3-13。

有了此結果,我們試圖再次研發其他有效率的加工方式,我們 將擠型材置於氣氛爐內加溫至300℃,然後進行每道1mm厚度的壓延 ,在7mm與4mm厚度時,以300℃回爐,當溫度一到,試片即由氣氛 爐拿出後,直接滾壓,而每次壓延時試片的溫度逐漸遞減,不像冷 壓材由氣氛爐內退火後還需要空冷(air-cooling),也不需跟溫壓延的材 料一樣,每道壓延後,還需回爐做固定時間之退火工作。在經過高 溫的測試條件下,結果也同樣可以顯示出200%以上的變形量,如圖 3-60所示,在570℃,5x10<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup>時,變形量可達207%左右,同樣的應變 速率在更高的測試溫度590℃下,更有297%的伸長率,顯示出此種有 效率的加工方式,也可以得到不錯的超塑變形。

(II) 擠型比100:1:

在原先的擠型棒材方面,我們可以看到擠型比100:1的拉伸結果 並不如預期的,可以比擠型比42:1之數據有更加的超塑行為,然而 我們仍然必須將此種材料再嘗試壓延的方式來試圖改善材料性質,

所以針對先前在擠型比42:1時有較省時又具較佳之超塑性加工條件 ,我們選擇溫壓延之方式,將擠型棒材由原先直徑6.5mm壓延到1 mm厚度之片材,之間分別在3.8與1.9mm厚度時進行300℃之回爐退 火30分鐘,每次壓延量則有將近50%左右。圖3-61是在590℃時不同 應變速率之測試結果,在此圖中所顯示的測試條件均為擠型比42:1 時所能得到最佳超塑行為之條件,但此時的結果在5x10<sup>-1</sup>s<sup>-1</sup>下只有 171%的伸長率,圖3-62則是在應變速率1x10<sup>-1</sup>s<sup>-1</sup>下不同溫度的真實應 力與應變曲線圖,越高溫時,曲線似乎有加工軟化之趨勢,但可能 材料內部嚴重之孔隙分布,導致材料提前斷裂。

3.3 熱分析

由於我們的鑄造壓延材來自於中鋼公司,材料在經過均質化與 固溶處理後,進行熱分析的實驗。由圖 3-63之曲線看來,在升溫速 率為10℃/min下,當溫度在 250℃附近,為β'之析出峰;300℃附近則 為β之析出峰;當溫度升到 400-450℃之間,β'首先溶解;隨著溫度繼 續升高,當溫度到 520℃左右時,則β相最後溶解。材料最後在 585℃ 附近出現 partial melting,而這溫度相當接近規範中 6061 銘合金的起始 熔點溫度 582℃。當我們進行 300℃-400℃之 LTSP 拉伸測試時,拉伸率 均不甚理想,顯然這些析出相的出現並不利於晶界滑移;而當測試 溫度在 500℃-610℃之間,這些析出相幾乎溶回母材,材料在 partial melting point 附近進行慢速拉伸測試時,即有超塑行為,這通常是少量 液相的析出,幫助晶界間的潤滑而產生的超塑變形。

再者,我們針對粉末冶金之材料分別以是否添加少量納米級強 化顆粒來了解材料在升溫時之熱效應。首先,我們以6061 銘合金粉 末進行DSC熱分析,圖3-64為6061 粉末進行熱分析之後的結果,由於 粉末沒經過均質化的處理,所以起始熔點溫度會略微提升,依圖3-

64 中之定義方法,約為610 ℃左右,雖然在較低之溫度時,曲線已稍 下降,此處可能已有極少量之液相析出。對於沒有添加強化劑的PM 6061 合金,我們一樣進行熱分析,由圖 3-65 顯示,此材料之熔點也 同樣有偏高之趨勢,約為615℃左右;另外,我們同樣針對加入 1%SiO,之納米強化材分別以溫壓延與冷壓延來進行熱分析,由圖3-66 可知,強化材在經過兩種不同加工程序後,其起始熔點溫度均相近 ,約為595℃左右,且在更低之溫度時,已見DSC曲線下降現象,此 溫度與ASTM裡所規範6061 鋁合金之起始熔點溫度為582 ℃相近。對 於上述不同配製方式而有不同的起始熔點溫度之問題,我們進一步 以EPMA來定量材料的成份,將樣品進行區域式掃描,選取一大區域 (5 mm x 5 mm)進行 mapping,每種樣品各掃描 25 點再取一平均值。結果 發現 PM 6061 之矽含量約在 0.72 wt% 左右,而鎂元素的含量約為 0.79 wt% 左右,經與表 2-1 所列 6061 鋁合金之成份比對後,鎂的含量似乎 有略為減少的現象,而PM 6061/1%SiO,強化材所測量出的矽含量約有 0.58 wt% 左右, 鎂元素之含量也有0.96 wt%, 沒有流失的現象發生。我 們推敲一種假說,這可能是因為PM 6061 合金在真空(<1x10<sup>4</sup> torr) 熱壓 時(600℃), 鎂元素因為高溫蒸汽壓的關係,所以部份鎂元素離開母 材後馬上被真空系統吸走,而導致PM 6061合金因為缺少鎂含量而提 高熔點溫度,而PM 6061/1%SiO,強化材在真空熱壓前,大顆的鋁粉外 圍均勻沾黏納米級的SiO,粉粒,所以在真空熱壓時,鎂元素受此保 護層的作用而少有流失的現象,所以起始熔點溫度類似規範所述, 並沒有顯著提高或降低。

3.4 破斷面之觀察

3.4.1 試片斷裂方式

在鑄造壓延材 6061A1方面,我們將 550 ℃以下所測試的結果和本 實驗室學長在高溫(550 ℃以上)進行測試的結果一起觀察比較。在相

同的高應變速率下,越高溫的測試條件,導致試片延性越佳,但均 為局部頸縮的現象斷裂,如圖3-67所示;而在同樣500℃下所作的測 試,高速(1x10<sup>2</sup> s<sup>1</sup>)拉伸和低速(5x10<sup>4</sup> s<sup>1</sup>)拉伸的結果就有不同的差異性 ,如圖3-68所示,前者破斷方式呈現頸縮(necking)成一直線的情況, 而後者則多是以裂孔現象(cavitation)斷裂為主。此現象在本實驗室樓 百堯學長的研究觀察中也有發現類似的情況[103]。推究此原因,在 低速時,空孔(vacancy)有足夠的時間來擴散以補償差排的活動,在高 溫時,差排的運動即多半靠著高速空孔或熱活性空孔來加以補償; 但在高速與低溫下,空孔活動的速度來不及補償差排運動,整個變 形的過程靠著被拉長的晶粒來主導,所以試片最後以頸縮方式斷裂。

在PM材料方面,我們分別觀察PM 6061Al和PM 6061Al/1%SiO2在高 溫測試後之破斷面,這些試片的斷裂方式均為裂孔現象所主導的。 在PM 6061 Al/1%SiO2部份,我們選擇室溫壓延材和中溫壓延材雨部份 在高溫下不同應變速率所拉伸出來的結果(如圖3-69和3-70所示),在 這些試片之變形表面情況看來,測試溫度越高溫,表面越容易有氣 泡出現的現象,此乃是在600℃真空熱壓時,壓力尚不足以使粉粒達 到完全除氣,所以一些未能排出微結構之空氣仍留在裡面而產生的 狀況。我們知道母材與強化相間界面往往是孔隙成核的有利位置, 而高溫測試所產生的液相能夠抑制孔隙成長的速度,在高溫高速超 塑測試中,晶界滑移扮演重要的角色,而在接近熔點溫度附近,產 生的少量液相能有助於晶界滑移和異相界面之間的滑移更加順暢進 行,因此在 PM 6061Al/1%SiO2材料中,強化了超塑性的現象。這行為 有點類似金屬基複合材料的特性。

然而PM 6061Al雖然也是孔隙方式斷裂,但沒有超塑行為,我們 認為粉末冶金的製程在真空熱壓儀器有限的熱壓能力下,無法達到 理想的緻密結合,所以總是存有大量的孔隙,即使材料再經過多重 的加工過程。而這些無法消散的孔隙在高溫高速測試下,很容易造 成材料的提前斷裂,所以粉末冶金製程的6061Al在塑性變形上,遠

## 3.4.2 SEM 觀察

在粉末材料方面,當以室溫拉伸經過T6處理後之材料以SEM觀 察 其 破 斷 面 , 我 們 發 現 , 加 入 1% 強 化 相 的 材 料 出 現 的 窩 穴 (dimple) 比 沒有加強化相的材料來的小(如圖3-71所示),前者的窩穴大約為1µm 左右,而後者之窩穴則有3-4 µm 左右。我們再以 SEM 觀察 PM 6061 Al/1%SiO, 材料經過550, 570和590℃三種高溫與高速測試下的破斷情 況 (如 圖 3-72 所 示)。 三 張 照 片 顯 示 抽 絲 的 現 象 , 與 MMC 的 研 究 報 告 內 容有類似之處[103],所以我們認為這是液相的行為。在越高溫時, 液相的量也越大,再放大抽絲現象的倍數時(如圖3-73所示),我們發 現溫度越高,絲狀結構越粗大而長,在550℃時,絲狀結構之寬度約 有 0.14 μm ; 590 ℃ 時 則 有 0.41 μm (如 表 3-14 所 示) 。 這 可 合 理 地 解 釋 溫 度 越高,液相的量也越多,在適量的範圍內,液相的生成確實有助於 晶界與異相界面間的滑移,但文獻中也指出,過量的液相會失去界 面之間的表面張力,而造成試片的提前斷裂,就如同圖3-74一樣, 在610℃下測試,我們不僅發現大量的液相析出,而且當應變速率較 慢時,絲狀液相較不容易被拉斷,所以甚至在1x10<sup>3</sup>s<sup>1</sup>的低速下,已 經幾乎看不到破斷表面,而是許許多多絲狀結構的斷裂模式,其寬 度約為4.14 µm (如表3-13 所示)。這些現象在PM 6061Al 材料同樣經過上 述三種溫度與高速(1x10<sup>-1</sup>s<sup>-1</sup>)測試後的SEM 破斷面觀察下是鮮少被發 現的(如圖3-75所示),這可能是因為晶粒與孔隙的成長快速或此材之 Mg成份因真空熱壓燒結時部份被吸走,而使得起始熔點溫度略微升 高所致。

3.5 微織構觀察

材料在經過加工處理之後,材料微織構會順著易滑移的優選方 位做適當的織構變化,而在後續高溫超塑拉伸時,織構又會逐漸消 散,因晶粒旋轉、晶界滑移與晶界遷移等作用均會使優選方向散壞 化。在微纖構觀察中,另一項重點即是定量檢視晶界間的夾角,以 便了解材料在各種加工或拉伸狀況下的低高角度分布情況。文獻中 對於低角度晶界關係的認定上多有不同的見解,大致上約有10°,15° 和 18° 等 三 種 標 準 。 在 本 研 究 裡 , 我 們 則 定 義 低 角 度 晶 界 (low angle boundary, LAB) 關係為 10°以內,因為這樣的晶界角度關係在細晶材料 經過高溫拉伸時,比較難以啟動晶界的滑移,而當晶界角度關係大 於 30°時,則被認定為適合進行晶界滑移的高角度關係 (high angle boundary, HAB), 介於之間的角度則為中角度晶界關係 (medium angle boundary, MAB)。通常屬於完全隨機分布的材料,其LAB, MAB和HAB 三者之間的角度約在2%, 19%和79%左右, 分布情況大概如圖3-76所 示。當材料屬於加工後所產生的bimodal分布時,則MAB會降至10%以 下。運用這三種角度關係的演化,在我們進行EBSD的實驗分析時, 對於6061 Al鑄造合金與粉末冶金材經過不同的加工方式與高溫拉伸 實驗後,我們可以了解整個晶粒形態的改變情況。另外對於變形後 之符合位置晶格(coincidence site lattice, CSL)晶界或特殊晶界,儘管部份 出現於中高角度的分布裡,但我們不認為其適合晶界的滑移,主要 是一些原子在其符合的位置上緊密的配合所致,在這些特殊晶界角 裡,數目較多且較有影響者為Σ=3-11,所以在此處,我們也會試著 了解這些特殊晶界在不同材料加工後的演化趨勢。

3.5.1 鑄造壓延合金

(a) TMT 試片

如前所述,我們分別將編號CR1,CR2和CR3等三種冷壓鑄造壓延材在壓延到2mm厚度時(應變量為2.71),進行EBSD的分析。在CR1的數據分析中(如圖3-77(a)所示),此材料在misorientation angle的分布趨

勢較傾向高角度的晶界關係,我們很清楚的看到此加工方式在微觀 組織之晶粒形態的分布較為清晰,而另外兩種類似的加工方式, CR2 和 CR3 (如 圖 3-77 (b) 和 (c) 所 示), 微 結 構 的 形 態 仍 是 屬 於 低 角 度 晶 界為主的關係,且a,b,c圖三者均有明顯bimodel分布之形式。在彩 色圖的色彩分布看來(如圖3-78至圖3-80所示),許多色澤相近的區域 有時非常廣泛,而從TEM的觀察下,我們知道如此的加工方式所得 到的次晶粒大小約在0.5-1.0 µm左右,所以可以確定的是,這樣的分 布乃是低角度的晶界關係使然。而以這些結果再倒推回去解釋原因 ,很顯然的,CR1材料是每經過一道10%的壓延後,隨即回爐退火一 次 (250 ℃, 15 分鐘), 所以在微結構上,晶界的形態比較接近 welldefined 的關係,反觀CR2和CR3兩種加工方式,不管是等速壓延或是 不同轉速壓延,我們均是在中間壓延過程中,只給予一至二道回爐 退火處理,所以在微觀組織上,顯然這些經過加工孕核生成的次晶 粒仍然呈現低角度的晶界關係。再從圖81至圖3-83中可以看出, CR1-CR3 的 材 料 在 極 圖 與 反 極 圖 中 , 顯 現 強 烈 的 織 構 , 而 這 些 織 構 大 部分是屬於壓延型的 brass {110}<112>或Cu {112}<111>典型織構,其相對 於背景強度 (background intensity) 之最高織構強度分別是, CR1為16倍 (16x), CR2 為 40x, CR3 為 30x (如表 3-15 所示), 顯然 CR2 和 CR3 的 壓 延 織構特性較為強烈。

定量的分析中,我們從表 3-16 知道 CR1 低角度的分布為 20.3%, 而中高角度則分別是 11.3% 和 68.4%。但是 CR2 和 CR3 相對低角度分別 為 53.3% 和 47.6%,而中高角度在 CR2 部份是分別為 10.8% (MAB) 和 35.9% (HAB),以及 CR3 的 7.9% (MAB) 和 44.5% (HAB),所以 CR1 的加工確實有 較多的高角度晶界分布。在特殊晶界 (special CSL boundary)上,表 3-16 數據顯示 CR1 的比率均比 CR2 和 CR3 高出許多,但與中高角度比較, 即  $\Sigma/(MAB+HAB)$ ,三者的差異很小,均為 14%-17% 左右。另外,雙晶 晶界 (twin boundary,  $\Sigma=3^n$ , 即=3,9,27....)的比率在三者之間並沒有 明顯不同的差異。

在這三種不同加工方式中,我們選擇CR2加工材料在高溫拉伸 後之不同應變區來進行纖構演化之觀察。CR2試片經過590℃與1x10<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup>之高溫高速測試後,我們分別選取伸長率60%與80%之變形量來作 比較,圖3-84和圖3-85分別是他們的極圖與反極圖。由這兩應變區 所做出來的統計中(如圖3-86所示,數據也同樣列在表3-16中),前者 低角度百分比約為34%,後者則又略降至31%左右,比較未經過變形 之試片有53.3%之高百分比的低角度晶界關係,顯然試片在變形過程 中,晶粒逐漸演化至穩定的高角度分布,所以相對的,60%的變形 區提升了中高角度的百分比各為10%與56%,而80%之變形區也略微 提高至11%與58%,顯示試片隨著應變的增加,晶界的演化仍持續進 行著,惟試片隨後發生嚴重之局部頸縮,所以較難觀察到更高的應 變區。

(b) ECAE 試 片

由先前的TEM照片我們可以很清楚看到,材料經過非常大量的 室溫ECAE加工之後(ε~12),不但細化晶粒,晶界之間也是高角度的 關係,由極圖與反極圖(圖3-87)中可以發現,織構的特性沒有特別強 烈,而且分布的點也散的很開,沒有明顯聚集的趨勢,表3-15也顯 示此種加工方式所得到的織構強度相當弱(8x),所以我們再從EBSD 的定量複驗下,我們也由圖3-88中發現,晶界之間的關係仍呈現 bimodel現象,亦即,中間角度之分布比率較低,而低角度和高角度 較高,高角度的比率約有69%左右,示於表3-16中,特殊晶界佔有全 部比率為12.7%,但與中高角度的比率略微提高至14.9%。

綜合鑄造壓延合金的部份,我們可以從表3-16中可以清楚得知,應變量只有2.71的CR-TMT在高晶界角度的分布中,遠不如經過應 變量為12的ECAE製程,原因在於ECAE製程在12道的擠製過程,不斷 的發生動態再結晶,而CR-TMT的方式只是出現局部次晶界的分布, 除此之外,單就CR-TMT的比較來看,由於CR1在每道壓延後,必須

回爐一次,相較於CR2和CR3在整個加工過程中只有經過兩次的回爐 ,高角度晶界的關係相對較高是合理的,這在TEM的觀察中也確實 發現CR1試片較能發現晶粒與次晶界的存在(如圖 3-2 所示)。再者, 當CR2經過不同程度的高溫拉伸時,由於晶粒在高溫下靠著擴散潛 變的補償,以滾動或滑動的方式來找尋最穩定的位置,所以相對之 下,伸長率越高者,高角度的分布比例也就跟著提升。至於不利於 晶界滑移的特殊晶界角,在表中所列的情況下,其對於晶界滑移較 易啟動的中高角度分布而言,一直約只有13%~17%的比例,換句話 說,在所有中高角度的晶界裡,如果扣除這些被認定為中高角度晶 界的特殊晶界角,有大於80%以上的中高角度晶界比例,是屬於 random之晶界,可以啟動高溫時的晶界滑移模式。

3.5.2 PM 鋁基材料

(a) PM 6061Al

PM 6061Al 在不加任何強化顆粒的情況下,經過42:1之擠型和300 ℃之溫壓延到1mm厚度,由織構圖(圖3-89)看來,經過如此加工的材 料顯示出高於背景強度12倍之brass {110}<112>的織構(如表3-15所示), 代表其具有此壓延型的織構組態。再從晶界的特性知(如圖3-90所示), 低角度之比率為20.7%,而中高角度的分布則分別有12%和67.3%, 如表3-16所示,顯示此粉末冶金製程之材料比前節之鑄造材具有高 角度的分布趨勢,這是一般可預期的,因6061Al粉末本身在未接合 前即是random排列的。另外特殊晶界的分布比率則有12.1%,而與中 高角度之比率則有15.3%,雙晶晶界則佔有5.7%的比率,這些數據與 鑄造材是類似的。

(b) PM  $6061 \text{Al}/1\% \text{SiO}_{2}$ 

在相同加工的條件下,加入1% SiO<sub>2</sub>納米陶瓷粉粒的鋁基材料分別被溫壓延到2mm和1mm厚度時,我們可以約略發現(如圖3-91和圖 3-92所示),其織構型態分別為14x的brass {110}<112>與10x的Cu {112}<111>(如表3-15所示)。兩者的晶界特性也略有變化(如圖3-93所 示),從表3-17之數據中可以看出,2mm厚度試片的低角度高達41.2% ,而1mm厚度試片則減為31.9%,相對提升了中高角度的分布比率, 前者2mm厚度試片之中與高角度分別為8%與50.8%,而後者1mm厚 度試片則為13.6%和54.5%。在特殊晶界方面,前者佔有10%,而後者 則有9.6%,而其分別對中高角度的分布比率為19.7%和14.1%,顯示整 體而言,特殊晶界所佔比率,兩者固然相近,但與中高角度相比後 ,顯然1mm厚度之晶界特性較為random,另外,兩者的雙晶晶界則 有類似的比率,分別為4.8%和5%。

加入納米1% SiO<sub>2</sub>強化粉粒的鋁基材料也同樣分別被施以冷壓延 到 2 mm 與 1 mm 厚度,由表 3-15 可知這兩部份的織構是 20x的 Cu {112}<111>和 random的織構型態(如圖 3-94和圖 3-95所示)。同樣在表 3-17 之數據中可知,從 2 mm 厚度被壓延到 1 mm 時,低角度的分布明顯的 從 15.7%降到 8.2%,相對於中高角度的分布則是從 13.7% (MAB)和 70.6 (HAB)分別增加到 15.9% (MAB)和 75.9% (HAB),表示材料在壓延過程時,發生動態再結晶,使得材料經過大量變形後,晶界趨於高角度的 分布(如圖 3-96所示)。至於特殊晶界,兩者倒沒有明顯的差異,分別 為 12%和 12.7%,與中高角度的比率也近似,分別為 14.2%和 13.9%, 其中雙晶晶界的比率也有同樣類似情況,分別為 6.2%和 6.4%。

在高溫拉伸方面,由於此PM 6061/1%SiO<sub>2</sub>材料在高溫下很容易發 生嚴重的氣孔現象,在製作EBSD試片上有其困難度,所以我們選擇 表面氣孔情況較不明顯的試片(550℃,1x10<sup>-1</sup>s<sup>-1</sup>)來作觀察,當此材料 高溫超塑變形至200%後,極圖與反極圖顯示其織構相當的random(如 圖 3-97 所示),在定量的分析上(如圖 3-98 所示),低角度分布比率約 16%,中角度則是12%,而高角度則高達72%左右,特殊晶界角的比 率佔全部之15%,佔中高角度之18%左右。另外,屬於雙晶的比率則

我們可從表 3-17之數據中再綜合上述關於PM 6061 與PM 6061/1%SiO,材所有 EBSD 的數據,由此我們仍然可以發現,隨著應變 的增加,中高角度的比例均會提升,但是對於冷壓延PM 6061/1%SiO, 材料經過高溫拉伸200%之後,並沒有發現明顯的趨勢,可能的原因 是變形過後,接近破斷面的裂孔行為相當嚴重,在做EBSD時較具困 難度,另外,對於冷壓延材料而言,材料在加工之後的中高角度分 布已達80%以上,即使再進行高溫處理,中高角度的比例也難以再 往上提高,所以大致上仍稱為比較well-defined。在此數據中較為怪異 的是,加入納米強化顆粒的材料在運用冷壓延加工後,不管在2mm 或 1 mm 厚度的試片裡,我們均能發現他們的中高角度比例比溫壓延 的材料來的高,這有可能是在加工過程時,冷壓延每道壓延量較少 ,回爐處理的時間也較長;而所謂的溫壓延材料,在慢速的壓延過 程,小試片與大滾輪的嚴重熱交換,導致溫度的落差很大,再加上 回爐的時間較短,所以在中高角度的比例上,會比冷壓延材料來的 小。其次,對於特殊晶界角而言,情形也如鑄造壓延材一樣,在中 高角度所佔的比例均低於20%以下,仍有80%以上的比例是屬於 random的中高角晶界關係,對於晶界滑移的影響較低。

3.6 晶粒演化效應

3.6.1 晶粒成長之比較

在本章對於各種材料的微觀組織觀察部份,我們曾模擬材料在 不同溫度下做靜態的退火,來了解材料在高溫時晶粒成長的情況。 由於PM 6061 鋁材在 500℃以上的高溫測試下,晶粒成長快速,很難 由TEM 觀察出他們的晶粒尺寸,就需由金相來決定,其他改質強化 材與複合材料則由TEM或EBSD之結果得知其晶粒大小。主要是針對

PM 6061/1%SiO<sub>2</sub>納米強化材在高溫時的晶粒成長,與TMT-6061 (或 ECAE-6061) 銘合金和複合材料作一比較。表3-1顯示此各種材料在高 溫情況下線性晶粒長度與修正真實3-D晶粒大小之比較,真實3-D晶 粒大小是由線性晶粒長度乘以1.686後得之[117]。從圖3-99的趨勢可 以發現,不論TMT-6061 (或ECAE-6061) 或是PM-6061的材料,在高溫之 下,晶粒成長快速,顯然沒有高溫穩定第二相的抑制晶粒成長;反 觀加入1%SiO<sub>2</sub>之納米強化材和20%SiC<sub>w</sub>之複材,在加入這些陶瓷穩定 顆粒後,晶粒大小均可維持在5µm以下,能有效的控制晶粒在高溫 之下的成長,進而有利於晶界之移動性,也使1%納米強化6061材之 高溫變形機構類似於20%複合材料。

3.6.2 晶粒演化

晶粒除了在加工過程時,可以有效改變粒徑大小外,在過程中 ,可以藉著晶粒的滑動與滾動得到適合的變形方式,我們就現有之 材料所得到的EBSD數據來整合一下晶粒演化之關連性。鑄造壓延合 金分別經過壓延和ECAE的加工方式所得到的應變分別為2.7和12,而 納米強化材經過擠型與冷、溫壓延至最終厚度2mm與1mm後,總真 實應變量分別可以達到5.35和6.05,比較其三種晶界間角度範圍的分 布比例,溫壓延的強化材在低角度範圍內分布較多,冷壓延納米強 化材則最低,其次是鑄造壓延合金(如圖3-100(a)所示);三種材料在 中角度範圍內差不多,隨著應變的增加而略微增加(如圖3-100(b)所 示);在高角度時,情況恰與低角度時相反,最高為冷壓延納米強化 材,其次是鑄造壓延合金材,而最低為溫壓延材(如圖3-100(c)所示) 。雖然由機械性質的實驗上還無法看出冷壓延與溫壓延材料有強烈 的性質差異,但這些材料經過加工程度的多寡,確實影響材料之晶 粒演化過程。

我們再比較鑄造壓延合金(CR2)經過不同程度(60%與80%)的高溫拉伸後與未拉伸前之情況,低角度部份(如圖3-101(a)所示),隨著

應變的增加,晶粒演化預估可以在真實應變為0.6左右達到隨機分布 的趨勢;在中角度方面(如圖3-101 (b)所示),改變較少,三點幾乎成 為線性關係,沒有明顯變化;在高角度方面(如圖3-101 (c)所示),隱 約可以看出分布比例在真實應變為0.6左右也可以達到隨機分布。

至於納米強化材,我們發現材料在高溫下即使達到200%以上的伸長率,三種角度的關係沒有明顯的改變,但是我們也不排除納 米材料因為製作EBSD試片的困難問題而導致所得到的數據誤差,然 而材料經過一連串的加工後,高角度的分布可以達到70%以上,顯 然微纖構在高溫拉伸前,已經近乎random的程度。

## 3.7 標距面積縮減率與真實應變之關係

材料受拉伸形變時,在原始體積不改變的情況下,材料之標距 截面積會隨著材料的伸長變形而縮減,當材料發生局部頸縮時,截 面縮減非常迅速,而一旦材料發生超塑變形時,材料會有均一 (uniform)的變形。材料的標距截面積是標距寬度與標距厚度的乘積, 當標距寬度縮減率(R<sub>w</sub>)與標距厚度縮減率(R<sub>T</sub>)之比值(一般定義plastic anisotropic factor為R=R<sub>w</sub>/R<sub>T</sub>)趨於一穩定值(~0.8-1)時,試片會均勻的變形 ,即試片寬度與厚度之縮減率接近一致,此時代表材料內部微結構 可能正進行3D均勻的晶界滑移行為。藉此關係,我們可以知道不同 材料在各種測試條件下,材料需要有多少的變形量才能達到穩定的 微結構,所以我們進一步探討R<sub>w</sub>/R<sub>T</sub>之比值與真實應變的關係。以下 簡單示意Rw與R<sub>T</sub>之數學公式:

$$\mathbf{R}_{w} = (\mathbf{W}_{f} - \mathbf{W}_{o}) / \mathbf{W}_{o}$$
(11)

$$R_{\rm T} = (T_{\rm f} - T_{\rm o})/T_{\rm o}$$
<sup>(12)</sup>

其中,W。與T。分別指原始寬度與厚度,而W。與T。則分別是不同應變時之寬度與厚度。

如前面的分析,我們選擇鑄造壓延材、1%SiO,之納米強化材和 20%SiC,之複材分別進行標距截面寬度與厚度縮減率比值的分析。從 圖 3-102 之 TMT-6061 結果看來,溫度的影響似乎不明顯,反而是隨著 應變速率的增加,材料之標距面積縮減率越慢達到穩定,這種現象 在冷、溫壓延後的強化材料(如圖3-103和3-104所示)和複合材料(如圖 3-105 所示)之分析結果也有相似的情況,大致上來說,當R<sub>w</sub>/R<sub>r</sub>達到 0.8-1時,我們認為材料的微結構經過加工硬化與動態再結晶之後, 材料便能均匀的變形,而此段過程就是材料進行晶界滑移的階段。 材料是否達到穩定微結構與應變速率較有關係,我們可以解釋為, 當變形速度過快,高溫機制下的擴散潛變尚來不及進行補償,所以 當應變量較大時,微結構才會穩定下來。至於文獻上認為溫度越高 , 達到穩定之應變量越小,亦即越快達到穩定狀態,在這些材料的 測量結果之下,較難發現此一趨勢,這可能是我們的應變量取決於 同一根試片的不同位置有關,尤其在粉末冶金煉製的強化材和複材 方面,由於煉製過程中常存在大量的孔洞,在高溫時,材料因為已 經存在的孔洞和加工或拉伸過程所產生的裂孔現象較為嚴重,所以 在拉伸測試後,試片上可能會出現局部頸縮(local necking)或巨觀破裂 的現象,所以在量測上就會造成圖形上較為怪異的現象。

# 第四章 數據分析

4.1 細晶超塑性之最佳條件

由於本實驗之研究偏向高溫高速測試之發展,所以首先我們就 整理出本實驗室目前對於各種不同加工與配製研發之6061 鋁材發生 高速超塑行為之最佳條件與結果,如表4-1,這樣的結果顯示,材料 經過大量的加工與添加強化顆粒,確實大大改善在高溫下之高速超 塑行為。為了接續下面的數據分析,我們在表4-2與表4-3裡,分別 完整地比較TMT-6061 鋁合金、 6061Al/1%SiO,(nano) 强化材舆 6061Al/20%SiC ... 複材等三種材料各種條件之最佳伸長率與應變量為0.4 時之流應力值。在低速時,鑄造壓延材有較佳的延展性,約有200% 左右;在高速測試下,雖然三種材料都具有高速超塑性之性質,但 加入 20%SiC 之 鋁 基 複 合 材 料 具 有 較 佳 的 伸 長 率 約 450% , TMT-6061AI 則 只有200%左右,本實驗室所研發之納米陶瓷強化粉末冶金材則介於 兩者之間,約有310%。此數據意旨在商業合金裡,只要加入少許1 vol% 細粉強化物,即能改善傳統合金之超塑性質。在下面的數據分 析與討論中,我們除了特別針對加入1 vol%納米陶瓷相之銘材進行變 形機構之分析外,也將共同比較上述三種材料數據分析上的異同處 0

4.2 彈性係數對溫度之效應

彈性係數對於材料而言,往往是了解材料基礎性質最佳的方法,隨著溫度升高,彈性係數也會跟著線性的遞減變化,對於多晶純 鋁而言,彈性係數會隨著溫度而有特別的變化,如圖4-1所示,溫度 在400℃以上時,曲線並不再具有線性行為,主要是因為晶界的鬆弛 效應(grain boundary relaxation effect)。所以在此溫度以下,多晶材料與單 晶材料均有線性關係,但此臨界溫度以上,多晶材料之彈性係數不 再像單晶有線性的關係,反而是隨溫度的升高而快速的遞減。

當我們在分析高溫之變形機構時,對於應力值的修正,往往需 要導入彈性係數,而彈性係數與原子間之鍵結能有關,晶界往往被 認為是種缺陷(defect),會降低彈性係數值,當溫度在熔點附近時, 液相也會生成在晶界上,這也同樣降低彈性係數值。由上述兩種缺 陷所造成的彈性係數降低並不會影響晶粒內部的變形,所以在分析 銘基材料之變形機構時,對於複材或加入少量納米強化相之材料而 言,所加入的堅硬強化顆粒是屬於不受變形的第二相,因此在進行 修正工作時,初始應力值仍以單晶純鋁之彈性係數的線性關係來正 常化,而此關係式[118]為:

E=81057-37.62T

(13)

其中,T為絕對溫度刻度標準,且E之單位為MPa。

4.3 變形機構分析

4.3.1 應變速率敏感值m。

在先前第三章中,已經提到過鑄造壓延材在300℃與500℃之測 試溫度時的表面應變速率敏感度(apparent strain rate sensibility, m<sub>a</sub>)均相當低,而其m<sub>a</sub>即為:

$$m_a = \frac{\partial \ln \sigma}{\partial \ln \mathscr{K}} \Big|_T \tag{14}$$

我們在此綜合整理鑄造壓延材、20%之複合材和自行研發配製之1% 強化材料對於500℃以上的m值作比較。由第三章之高溫機械性質部 份可知,所有材料在真實應力與應變圖中,均顯示真實應變到0.4附 近時,為加工硬化 (work hardness) 與加工軟化 (work softness) 交接之處, 意味著晶界已逐漸轉換成高角度,表示該處應變區之微結構已趨近 穩定狀態, 也由於先前樓百堯學長選取應變值為0.4時做為m值的分 析参考點,為了方便比較與分析,所以我們在分析上,即以應變值 0.4 為主, 如 4-1 節所述, 表 4-3 為此三種比較材料在真實應變 0.4 時之 真實應力值。我們單獨地將1%納米強化相材料在不同溫度下,材料 所具有的表面應變速率敏感度,以應力與應變速率關係作圖求取, 如圖4-2所示,我們得出不同溫度下每一個階段的表面應變速率敏感 度,在低速率下,m。甚至小於0.1,隨著應變速率與溫度的增加,m。 值則相對提升,最高約有0.4;在不同應變速率下,我們也以流應力 對溫度關係作圖,隨著溫度升高,流應力漸小(如圖4-3所示)。接著 我們比較鑄造壓延材、加入1%SiO,的納米強化材與PM 6061/20%SiC"複 材等三種不同材料的性質,如圖4-4所示,當溫度較低(500℃)時,我 們無法找出三種材料的相關性,但隨著溫度的增加,我們可以發現 ,合金的應力值較高,此乃合金之晶粒較納米強化材和複材為大, 所以在高溫拉伸變形時,晶界滑移不易進行,主要是以差排潛變變 形,應力值也相對較高。而納米強化材似乎可以維持在兩材料的曲 線內,而且隨溫度升高,其曲線越來越靠近複合材料的曲線,由此 可以看出,納米強化材的性質似乎介於此兩種材料之間,而且隨著 温度的升高,性質有越接近複材的趨勢。

4.3.2 起始應力值(σ,)與真實應變速率敏感度

起始應力值是指材料發生變形時所需要的最小應力。當我們選擇不同之m值,以σ對 &<sup>m</sup> 作圖,如果可以得到線性之關係,則稱此m值為真實應變速率敏感度。在應力與應變速率曲線圖中,如圖 4-2 與圖 4-4,我們幾乎可以觀察出加入1%SiO<sub>2</sub>之材料類似複合材料,圖 形並不具有線性關係,而是呈現低速較水平,高速向上彎曲的狀況 ,我們認為此種材料也有起始應力的出現,在某應力值以下,材料 很難變形,所以我們進一步去分析各溫度區線真正的起始應力值。

由於不加強化物的合金之起始應力值非常小,所以6061 鋁合金 之真實 m值與起始 m值可視同為0.2;而 6061/20%SiC<sub>w</sub>複合材料方面, 我們選擇不同m值帶入速率方程式(1),由於複材之晶粒大小在高溫 下改變甚小,所以d<sup>n</sup>項為常數,再以應力對應變速率的1/2次方作圖 ,發現 m=0.5 時有較適合之線性關係,所以沿線性接到應變速率為0 的軸,每個溫度(550-610℃)之線性與應力軸交到一正點,得到複材各 溫度下之起始應力值,所以複材之真實m值為0.5,此點已在先前樓 百堯之博士論文中顯示過[119]。

就 PM 6061/1%SiO<sub>2</sub>納米強化材而言,如圖 4-5 所示,我們選擇不 同之m值帶入後認為,m=0.5 是較為適合的線性關係,在表4-4裡即顯 示出其線性關係的準確性,然而對於相對較為低溫之 500℃數據而言 ,表面應變速率敏感度一直屬於較小的數據,我們認為比較適合的 真實應力指數n值應該為 2.5,亦即m(=1/n)約為0.4左右,在分析起始 應力值時,此處相對較為低溫之 500℃數據部份,是有別於其他溫度 之分析。從這些線性的關係圖中,我們將這些直線延伸,並交接到 應變速率為0點的位置,則這些直線與應力軸所交接的點即為起始 應力值(σ<sub>h</sub>)。由我們所分析的溫度範圍,在 500℃,550℃,570℃, 590℃和 610℃等五種溫度下,所得到較適合的起始應力值分別為10.4 MPa, 9.1 MPa, 5.5 MPa, 1.5 MPa和 0.6 MPa, 當扣除此起始應力值之後,在真實應力與應變速率下,可以得到更適合的線性回歸線,以利後續的活化能機制分析。

4.3.3 活化能(Activation energy)

(a) 表面活化能 (Apparent activation energy, Q<sub>a</sub>)

當材料發生潛變或高溫超塑形變時,由於晶粒滑移或其他機構 變形,須一些補償機構,無論是差排滑移加爬昇,或原子擴散及晶 界擴散等,均可能成為整個系列變形步驟中之關鍵過程,或為速率 控制(rate controlling)步驟。其與溫度之關係可由冪次潛變(power law creep) 速率控制方程式:

$$\mathscr{E} = A\sigma^n \exp(-\frac{Q}{RT}) \tag{15}$$

其中,A為一係數,σ為應力值,n為應力指數,R為氣體常數。方 程式兩邊取自然對數後偏微分可得一表面活化能:

$$Q_a = -R \frac{\partial(\ln \varepsilon)}{\partial(\frac{1}{T})} \bigg|_{\sigma}$$
(16a)

或 
$$Q_a = nR \frac{\partial(\ln \sigma)}{\partial(\frac{1}{T})} \bigg|_{\varepsilon}$$
 (16b)

前式固定某一應力值以求得表面活化能,而後式則是固定某一應變速率,但參數需多乘以應力指數n。所以在合金方面,我們在應力與應變速率曲線圖中,選擇應變速率為5x10<sup>2</sup>s<sup>-1</sup>之軸線,在各溫度(550-610℃)下截取其應力值,再將所取應力值之自然對數與溫度函數作圖。對6061鑄造壓延材而言,應力指數是以n=5 (m<sub>a</sub>=0.2)代入,如圖4-6所示,即可得到6061合金之表面活化能,550-570℃時,表面活化能約為157 kJ/mol,而570-610℃則有302 kJ/mol。

對於納米強化材方面,在其應力與應變速率關係圖中,我們首先固定應力值為8 MPa之位置,再選擇 550-610℃各溫度曲線與此應力 值所交集之應變速率值與溫度函數作圖(如圖 4-7 所示),得到 984 kJ/mol之表面活化能;接著,我們再固定應變速率 1x10<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup>,同樣選擇 500-610℃之溫度曲線與此固定值所交集的應力值與溫度函數作圖(如 圖 4-8 所示),當 n=2 時,則可得 550-570℃時約 263 kJ/mol之表面活化能 ,570-590℃時則為 414 kJ/mol,而 590-610℃則增為 557 kJ/mol,在 550℃有 個轉曲點我們取一合理n值平均值為 2.5 (即 m~0.4),所以 500-550℃有一 個表面活化能 60 kJ/mol。

對 6061/20%SiC 複材方面則是在溫度範圍 550-610℃時,選擇應變 速率為 1x10<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup>之軸線,取 n=2代入作圖(如圖 4-9所示),所得到的表面 活化能似乎隨著溫度的增加而有提升的現象,在 550-570℃時為 339 kJ/mol,570-590℃則略高為 453 kJ/mol,而 590-610℃則突增至 744 kJ/mol, 這是因為在 610℃時,有較大量的液相析出所致 [119]。

(b) 真實活化能

在上一節,我們曾討論材料具有起始應力值σ<sub>th</sub>,所以會造成材料的表面活化能較大,當我們將此起始應力扣除掉,可以得到有效應力值,即σ<sub>eff</sub>=σ-σ<sub>th</sub>。當我們要求得真實活化能時,除了要考慮有效應力值外,還有E值、溫度與晶粒尺寸等的重要因素也需要一併加

以考量,在複合材料方面,由於有許多第二相的抑制晶粒成長,即 使溫度在非常高的情況下,晶粒仍然可以維持穩定的大小,而本研 究之納米強化材也有納米SiO2之抑制晶粒成長第二相,經過高溫退 火一段時間之測試下,同樣沒有明顯的晶粒成長,類似複合材料之 特性,所以晶粒尺寸該變因(d<sup>p</sup>)可以忽略,即在完整的控制速率方 程式中:

$$\mathscr{S} = A \frac{D_o Eb}{kT} \left(\frac{b}{d}\right)^p \left(\frac{\sigma - \sigma_{th}}{E}\right)^n \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right)$$
(17)

關於晶粒尺寸之(b/d)"項為常數。再者,假如活化能很小則E/T項必須被加以考慮,所以式(17)比照起始活化能之運算方法,經過自然對數與偏微分的運算後,可以分別以固定應變速率或有效應力修正值以得到真實活化能的公式:

(I) 固定應變速率

$$Q = R \frac{\partial \left[\ln\left(\frac{\sigma - \sigma_{th}}{E}\right)^n \frac{E}{T}\right]}{\partial\left(\frac{1}{T}\right)}$$
(18a)

將式(18a)分解運算後寫成:

$$Q = nR \frac{\partial \ln(\frac{\sigma - \sigma_{th}}{E})}{\partial(\frac{1}{T})} \bigg|_{s} + R \frac{\partial \ln(\frac{E}{T})}{\partial(\frac{1}{T})} \bigg|_{s}$$
(18b)

(II) 固定有效應力

$$Q = -R \frac{\partial (\ln \frac{\mathscr{E}T}{E})}{\partial (\frac{1}{T})} \bigg|_{\frac{\sigma - \sigma_{th}}{E}}$$
(19a)

同理,再將式(19a)分解處理後可以寫成:

$$Q = -R \frac{\partial(\ln s)}{\partial(\frac{1}{T})} \bigg|_{\frac{\sigma - \sigma_{th}}{E}} + R \frac{\partial(\ln \frac{E}{T})}{\partial(\frac{1}{T})} \bigg|_{\frac{\sigma - \sigma_{th}}{E}}$$
(19b)

式(19b)右邊第一項即為一般文獻求取真實活化能之主要式子,而第 二項對於本研究所得到的數據非常小,約只有4-6 kJ/mol,在一般鋁 合金或複材之研究裡通常是被忽略,而且不會造成顯著影響,所以 本研究在計算真實活化能時,仍以一般文獻之程序為準則。

經過4.3.2節起始應力值的修正,我們將1%強化材與20%複材在 500-610℃範圍內再次以( $\sigma$ - $\sigma_{th}$ )/E對應變速率作圖(如圖4-10所示),對 6061鑄造壓延合金不必作修正,因幾乎沒有起始應力。首先,我們 選擇式(18b)固定應變速率來分析活化能,固定應變速率為1x10<sup>-1</sup>s<sup>-1</sup>, 從各點的分布看來,我們發現對於1%強化材而言,500-550℃之間的 活化能只有78 kJ/mol,在550-590℃之間,則為212 kJ/mol,而590-610℃ 則為537 kJ/mol,如圖4-11 (a)所示;而20%複材則在此溫度區間有兩個 轉折點,如圖4-11 (b)所示,分別是在570℃和590℃,經過計算,550-570℃之活化能約為325 kJ/mol,570-590℃則約為545 kJ/mol,而後段590-
610 ℃則突增到888 kJ/mol 左右。

當我們再次選擇固定較低的應變速率1x10<sup>-2</sup>s<sup>-1</sup>,對於1%強化材 而言,在500-550℃區間時,活化能為132 kJ/mol,550-590℃則為270 kJ/mol,而590-610℃則為516 kJ/mol,如圖4-12 (a)所示;同樣的,對於 20% 複材而言,在550-570℃間之活化能約為226 kJ/mol,570-590℃則是 551 kJ/mol,590-610℃則是723 kJ/mol左右,如圖4-12 (b)所示。由上述的 圖形看來,兩種材料的真實活化能隨溫度的升高而增加之趨勢是相 似的,但是20%複材的真實活化能均較1%強化材為高。

接續之前的方式,我們再將上述兩種材料分別以式(19b)之固定 有效應力參數來分析真實活化能,1%強化材方面,我們選擇( $\sigma$ - $\sigma_{th}$ )/E 為1x10<sup>4</sup>之固定點,同樣進行550-610℃溫度區間的活化能分析,由圖 4-13 (a)顯示,在500-550℃區所計算出的活化能約為141 kJ/mol,而550-590℃區間之活化能則有229 kJ/mol左右,590-610℃則為556 kJ/mol;在 20%複合材料方面,我們選擇固定( $\sigma$ - $\sigma_{th}$ )/E為2x10<sup>5</sup>,在550-610℃之溫 度範圍做真實活化能之數據分析,由圖4-13 (b)知550-570℃的真實活 化能為169 kJ/mol,570-590℃則為616 kJ/mol,而590-610℃則高達1161 kJ/mol。我們將上述不同方法所求出的真實活化能整理於表4-5,以 便於比較。

上述兩種方法所得到的活化能在1%強化材方面較為相似,而 20%複材之活化能甚至超過1000 kJ/mol,在機構上並沒有物理意義可 以解釋,只能以液相的轉變來詮釋[103,119-120],而1%強化材的真實 活化能較複材來得低的原因,或與添加強化顆粒的大小與含量有關 。以不同角度來計算真實活化能,我們發現隨著溫度的升高,活化 能也跟著增加,我們認為,在越接近熔點溫度的地方,有少許液相 的出現,除了有助於晶界滑移的順暢進行,也會相對提高活化能值 , Mabuchi等人[121]在研究 6061Al/20%Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>之高速超塑性時,曾發現高 於起始熔點溫度之活化能甚至高於1000 kJ/mol以上,與我們的20%複 材之真實活化能類似,他們認為該區的變形行為應與液相析出有關

,所以n趨近於1,而他們分析時,是以n=2處理,對於我們之1%納 米強化材而言,590-610℃溫區之n值應該尚未趨近於1,但由於液相 漸漸大量的析出,n值應該介於1-2之間,而活化能偏高亦屬合理。 在550-590℃區間,是液相方析出的範圍,在機械性質的測試下,此 區域也顯示出超塑性的特徵,證明此區主要的變形機構為晶界滑移 外,少量液相的析出,在晶界上恰能當成潤滑劑,幫助晶界滑移更 順暢進行,Pharr和Ashby [122]在分析有液相析出的晶態固體之高溫變 形特性時,也同意液相在晶界或晶粒與顆粒間扮演潤滑的角色,如 此更能說服細晶材料比粗晶材料在高速變形時,更能使晶粒的移動 性(mobility),包括滾動與滑動,更加順暢。

## 第五章 結論

- 1 商業性6061 紹合金雖然具有一定的強度以及商業上的實用性, 但運用在超塑性的領域上,仍然不佳,所以我們分別採行加工 改良法與合金改質法來強化此材料之超塑性質。前者乃就鑄造 壓延6061 合金分別使用特殊簡便的熱機處理法與等徑轉角擠製 法來加以改良性質;後者則使用粉末冶金之技術,在合金粉末 裡,添加少量納米級陶瓷粉粒當高溫穩定相,來抑制高溫下之 晶粒快速成長,以利超塑性之發展。
- 2 鑄造壓延6061合金經熱機處理法後之晶粒尺寸約為0.7µm,在高溫高速超塑性的發展下,可以達到190%的伸長率;等徑轉角法之晶粒尺寸約為0.3µm,在低溫下可以達到150%的變形量, 在高溫高速下,也可高達220%左右的伸長率。然而,這些方法均因為微結構裡面沒有高溫抑制成長相,所以晶粒在高溫之下成長快速,甚至會達到將近100µm的尺寸大小,所以材料在沒有細晶幫助晶界滑移的情況下,高溫高速超塑性質之發展即受到限制。
- 3 使用合金改質的方法類似複合材料,但兩者最大的不同處在於 ,添加量與添加物之顆粒尺寸。當我們加入1%體積分率之納 米級一般陶瓷粉粒,經過一道擠製與簡單的壓延後,可以得到 0.5µm的晶粒大小,由於在高溫下,晶粒尺寸普遍可維持在3 µm以下,所以在低溫超塑性方面,伸長率可以達到120%以上 ;在高溫高速超塑性方面,更可達到近310%的伸長率。這樣的 結果代表材料不需像複材一樣,須添加20%體積分率以上之大 量陶瓷粉粒,也會有不錯的延展性。

- 4 6061 材在本實驗研發中發現,低溫超塑性甚難達成,因在低溫時,材料內部有不少β析出相阻擋,使得補償機構不易進行, 最好的結果是鑄造6061 合金經ε=12之 ECAE 加工製程,在350℃ 與1x10<sup>4</sup> s<sup>-1</sup>時,達到約150%之伸長率,此結果還不能算是低溫超 塑性(<200%)。另一方面,高速超塑性最好的結果是PM 6061/1%SiO<sub>2</sub>改質強化材,在590℃與1x10<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup>時,達到約310%之拉 伸率。另有相當拉伸量之最低溫度約為350℃與最高速率約為 5x10<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup>。
- 5 以DSC熱分析鑄造壓延材時,我們可以檢測析出相析出與溶解 之情況,起始熔點溫度也與ASTM規範相近;對於未經過均質 化處理之PM材,熱分析結果顯示起始熔點溫度均有偏高趨勢 ,尤其是PM 6061。可能是在真空熱壓時,溫度較高,由於蒸 汽壓的關係,所以鎂元素可能汽化後被真空系統抽走,所以導 致鎂含量變少,再加上沒有均質化處理,所以PM材料之起始 熔點溫度較鑄造壓延材料為高,但是如果熱壓溫度過低,會造 成氣孔過多不易被趕走的問題,如此更會影響超塑性之發展。
- 6 鑄造壓延材在高溫低速測試時,材料以裂孔方式斷裂, vacancies有足夠的時間來擴散以補償差排的活動,而差排的活動則多半靠著高速 vacancies或熱活性 vacancies來加以補償;但在高速拉伸下,vacancies的活動速度來不及補償差排的活動,所 以變形過程多靠著被拉長的晶粒主導,所以材料最後以頸縮方 式斷裂。粉末冶金材在沒有加入強化顆粒下,由於材料受熱壓 燒結程度有限,所以在拉伸測試前,材料已經存在大量孔洞, 所以拉伸之後的斷裂方式則是這些孔洞所主導的模式;當加入 1%強化顆粒後,同樣屬於裂孔方式斷裂,但在拉伸後,我們 發現隨著溫度的增加,破斷面有許多抽絲結構,此即為液相, 在 610℃時情形尤為顯著,拉伸速度快,絲狀結構較短小;速 度慢。絲狀結構不易被扯斷,所以較粗大,少量液相結構有助 於進行晶界滑移,可以在過程中,扮演晶界潤滑的角色,但大

量的液相產生易使晶界分離,反而不利超塑性之發展。

- 7 鑄造壓延材料之晶粒在高溫下,由於沒有高溫的穩定相來抑制 晶粒成長,所以鑄造材的晶粒成長相當快速,而這也影響高溫 高速超塑性的發展;反觀加入1%納米強化顆粒之強化材,在 高溫之下,有效抑制晶粒成長,即使在接近起始熔點溫度下, 晶粒仍可維持在3µm以下,有利於晶界的移動性,這種情況相 當類似複合材料。
- 8 鑄造壓延材在經過特殊TMT處理與高加工量的ECAE處理下,晶 粒的演化有明顯的差異,前者加工量較小,所以低角度的分布 較多,而後者在高加工量之後,微纖構顯得相當random。當材 料經過高溫拉伸之後,整個微結構會隨著變形量的增加而變得 較為well-defined。粉末冶金材以溫壓延加工處理後,低角度的分 布仍然較高,但在壓延過程間有較長時間回火的冷壓延材料則 在經過同樣的加工量之後,反而低角度的分布較少,近乎 random的情況,所以材料在經過200%的高溫高速拉伸率後,微 纖構仍呈現更random的分布。
- 9 在機構分析上,對於鑄造壓延材、強化材與複合材料之間,我 們試圖尋找三者之相關性。在應力與應變速率曲線圖中,強化 材幾乎介於兩者之間,隨著溫度的增加,強化材有越來越接近 複材的趨勢。強化材在接近熔點溫度時,活化能高達500 kJ/mol 以上,而複材甚至可以高達1000 kJ/mol以上,這在機構的分析 上較不具物理意義,應該與液相的轉變有關,所以隨著溫度的 增加,活化能也跟著增加,我們認為,在越接近熔點溫度時, 少許液相的出現,除了有助於晶界滑移之外,也會大幅降低應 力或大幅提高形變速率,兩者均會相對的提高活化能。

## 參考文獻

- 吴重雨,莊東漢,鄭榮和,王文雄,楊智富,顧鈞豪和林清彬
  ,"超塑性成形與擴散接合新技術發表會專輯",(1994)1.
- 2. N. E. Paton and C. H. Hamilton, U.S. Patent, No. 4092181, (1978).
- J. A. Wert, N. E. Paton, C. H. Hamilton and M. W. Mahoney, Metall. Trans., 12A (1981) 1267.
- 4. T. G. Nieh, C. A. Henshall and J. Wadsworth, Scripta Metall., 18 (1984) 1405.
- 楊榮顯,戴國政,李有山,蕭錫謙,"鑄工",第21卷,第三期,(1994)33.
- 6. 邱正茂,"工業材料", 第85期, (1994) 96.
- 7. 黄永發, "國立中山大學材料科學研究所碩士論文", (1997).
- 8. 黄俊仁, "國立中山大學材料科學研究所碩士論文", (1997).
- O. D. Sherby and J. Wadsworth, "Deformation, Processing and Structure", ed. G. Krauss, ASM, Metal Park, Ohio, (1984) 355.
- 10. T. G. Nieh, J. Wadsworth and O. D. Sherby, "Superplasticity in Metals and Ceramics", (1997).
- T. K. Ha, W. B. Lee, C. G. Park and Y. W. Chang, Metall. Mater. Trans., 28A (1997) 1711.
- 12. 王宗鼎, "國立中山大學材料科學研究所碩士論文", (1996).
- 13. J. W. Chung and J. R. Cahoon, Metal. Sci., 13 (1979) 635.
- C. W. Brown and W. S. Miller, Materials and Processing-Move into the 90's, ed. S. Benson, T. Cook, E. Trevin and M. Turner, Elsevier Publishers, (1989).
- 15. C. Y. Lin, H. B. Mcshane and R. D. Rawlings, Mater. Sci. Tech., 10 (1994) 659.
- R. Monzen, M Futakuchi, K. Kitagawa and T. Mori, Acta Metall. Mater., 41 (1993), 1643.
- 17. K. C. Chan and G. Q. Tong, Scripta Mater., 38 (1998) 1705.

- K. Higashi, T. Okada, T. Mukai, S. Tanimura, T. G. Nieh and J. Wadsworth, in Transaction of the Materials Research Society of Japan, ed. M. Sakai, M. Kobayashi, T. Suga, R. Watanabe, Y. Ishida and K. Niihara, Elsevier Sci., Netherland, 16B (1994) 989.
- 19. M. W. Mahoney and A. K. Ghosh, Metall Trans., 18A (1987) 653.
- 20. J. Wang, Z. Horita, M. Furukawa and M. Nemoto, J. Mater. Res., 8 (1993) 2810.
- J. Wang, Z. Horita, M. Furukawa, N. K. Tsenev, R. Z. Valiev, Y. Ma and T. G. Langdon, Trans. Mat. Res. Soc. Jpn, 16B (1994) 1389.
- 22. R. Verma, A. K. Ghosh, S. Kim and C. Kim, Mater. Sci. Eng., A191 (1995) 143.
- 23. P. A. Friedman and A. K. Ghosh, Metall. Mater. Trans., 27A (1996) 3827.
- 24. M. Matsuo, T. Tagata and N. Matsumoto, International Conference on Thermomechanical Processing of Steels and Other Materials, TMS, (1997) 1953.
- 25. S. N. Patankar and T. M. Jen, Scripta Mater., 38 (1998) 1255.
- 26. S. I. Hong, Scripta Mater., 40 (1999) 217.
- 27. S. S. Woo, Y. R. Kim, D. H. Shin and W. J. Kim, Scripta Mater., 37 (1997) 1351.
- E. M. Taleff, G. A. Henshall, T. G. Nieh, D. R. Lesuer and J. Wadsworth, Metall. Mater. Trans., 29A (1998) 1081.
- 29. Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto and T. G. Langdon, Metall. Mater. Trans., 29A (1998) 2503.
- 30. R. Z. Valiev and N. K. Tsenev, "Hot Deformation of Al Alloys", TMS, (1991) 319.
- 31. J. K. Kim and D. H. Shin, Scripta Mater., 38 (1998) 991.
- 32. T. G. Nieh, L. M. Hsiung, J. Wadsworth and R. Kaibyshev, Acta Mater., 46 (1998) 2789.
- S. Komura, P. B. Berbon, M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto and T. G Langdon, Scripta Mater., 38 (1998) 1851.
- T. Imai, S. Kojima, G. L. Esperance, B. D. Hong, D. Jiang and T. G. Nieh, Scripta Mater., 35 (1996) 1189.
- 35. M. Mabuchi, H. Iwasaki and K. Higashi, Acta Mater., 46 (1998) 5335.
- 36. H. G. Jeong, K. Hiraga, M. Mabuchi and K. Higashi, Acta Mater., 46 (1998) 6009.
- 37. D. W. Kum, W. J. Kim and G. Frommeyer, Scripta Mater., 40 (1999) 223.
- 38. W. J. Kim, Scripta Mater., 41 (1999) 1131.
- 39. R. S. Mishra, T. R. Bieler and A. K. Mukherjee, Acta Metall. Mater., 43 (1995) 877.

- 40. J. Wadsworth, A. R. Pelton and R. E. Lewis, Metall. Trans., 16A (1985) 2319.
- 41. T. G. Nieh and J. Wadsworth, Scripta Metall. Mater., 28 (1993) 1119.
- 42. K. Matsuki, M. Tokizawa and Y. Murakami, Mater. Res. Soc. Symp. Proc., Materials Research Society, 196 (1990) 265.
- 43. K. Matsuki, G. Staniek, H. Nakagawa and Mr. Tokizawa, Z. Metallk, 79 (1988) 231.
- 44. K. Higashi, S. Tanimura and T. Ito, MRS Symp. Proc., 196 (1990) 385.
- 45. G. S. Murty, M. J. Koczak and W. E. Frazier, Scripta Metall., 21 (1987) 141.
- K. Higashi, T. Okada, T. Mukai, S. Tanimura, "Proc. Superplasticity in Advanced Materials" (ISCAM 1991), ed. S. Hori, M. Tokizane and N. Furushiro, JSRS, Osaka, Japan, (1991) 569.
- 47. K. Higashi, T. Okada, T. Mukai and S. Tanimura, Scripta Metall. Mater., 26 (1992) 761.
- K. Higashi, T. Okada, T. Mukai and S. Tanimura, Scripta Metall. Mater., 25 (1991) 2053.
- 49. K. Higashi, T. Okada, T. Mukai, S. Tanimura, T. G. Nieh and J. Wadsworth, Scripta Metall. Mater., 26 (1992) 185.
- 50. T. R. Bieler and A. K. Mukherjee, Mater. Sci. Eng., A128 (1990) 171.
- 51. T. R. Bieler, T. G. Nieh, J. Wadsworth and A. K. Mukherjee, Scripta Metall., 22 (1988) 81.
- 52. M. Mabuchi, K. Higashi, K. Inoue and S. Tanimura, Scripta Metall. Mater., 26 (1992) 1839.
- M. Mabuchi, K. Higashi, Y. Okada, S. Tanimura, T. Imai and K. Kubo, Scripta Metall. Mater., 25 (1991) 2517.
- 54. M. Mabuchi, T. Imai, K. Kubo, K. Higashi, Y. Okada and S. Tanimura, Mater. Lett., 11 (1991) 339.
- 55. T. G. Nieh and J. Wadsworth, Mater. Sci. Eng., 147A (1991) 129.
- 56. T. G. Nieh, C. A. Henshall and J. Wadsworth, Scripta Metall., 18 (1984) 1405.
- 57. M. W. Mahoney, A. K. Ghosh and C. C. Bampton, ICCM6 and ECCM2, Elsevier, Amsterdam (1987).
- 58. J. Cadek, K. Kucharova and V. Sustek, Scripta Mater., 40 (1999) 1269.
- 59. K. Wakashima, T. Moriyama and T. Mori, Acta Mater., 48 (2000) 891.
- 60. W. J. Kim and O. D. Sherby, Acta Mater., 48 (2000) 1763.

- T. Imai, S. Kojima, J. Mao and L. Geng, accepted by International Conf. "Superplasticity in Advanced Materials" (ICSAM 2000), Orlando, US (2000).
- 62. T. G. Nieh, P. S. Gilman and J. Wadsworth, Scripta Metall., 19 (1985) 1375.
- 63. K. Matsuki, H. Matsumoto, M. Tokizawa, N. Takatsuji, M. Isogai and Y. Murakami, JIM, 8 (1993) 876.
- 64. M. G. Zelin, T. R. Bieler and A. K. Mukherjee, Metall. Trans., 24A (1993) 1208.
- 65. K. Higashi, T. Okada, T. Mukai and S. Tanimura, Mater. Sci. Eng., 159A (1992) L1.
- 66. T. C. Lowe and R. Z. Valiev, J. Metals, 4 (2000) 27.
- 67. T. G. Langdon, M. Furukawa, M. Nemoto and Z. Horita, JOM, 4 (2000) 30.
- 68. T. Ungar, I. Alexandrov and M. Zehetbauer, JOM, 4 (2000) 34.
- 69. R. Z. Valiev, T. C. Lowe and A. K. Mukherjee, JOM, 4 (2000) 37.
- U. Andrade, M. A. Meyers, K. S. Vecchio and A. H. Chokshi, Acta Metall. Mater. 42 (1994) 3183.
- 71. I. Saunders and J. Nutting, Metal Sci., 18 (1984) 571.
- 72. V. Y. Gertsman, R. Birringer, R. Z. Valiev and H. Gleiter, Scripta Metall. Mater., 30 (1994) 229.
- R. S. Mishra, R. Z. Valiev, S. X. McFadden, R. K. Islamgaliev and A. K. Mukherjee, Scripta Mater., 40 (1999) 1151.
- 74. A. Korbel and M. Richert, Acta Metall., 33 (1985) 1971.
- 75. H. J. Zughaer and J. Nutting, Mater. Sci. Tech., 8 (1992) 1104
- 76. J. W. Yeh, S. Y. Yuan and C. H. Peng, Metall. Mater. Trans., 30A, (1999) 2503.
- R. Z. Valiev, A. V. Korznikov and R. R. Mulyukov, Mater., Sci. Eng., A168 (1993) 141.
- R. Z. Valiev, D. A. Salimonenko, N. K. Tsenev, P. B. Berbon and T. G. Langdon, Scripta Mater., 37 (1997) 1945.
- 79. R. Z. Valiev, Mater. Sci. Eng., A234-236 (1997) 59.
- 80. R. Z. Valiev, R. K. Islamgaliev and N. F. Kuzmina, Scripta Mater., 40 (1999) 117.
- 81. N. K. Tsenev, R. Z. Valiev and I. R. Kuzeev, Mater. Sci. Forum, 242 (1997) 127.
- 82. M. Mabuchi, H. Iwasaki and K. Higashi, Mater. Sci. Forum, 243-245 (1997) 547.
- 83. M. Mabuchi, H. Iwasaki, K. Yanase and K. Higashi, Scripta Mater., 36 (1997) 681.
- 84. M. Mabuchi, K. Ameyama, H. Iwasaki and K. Higashi, Acta Mater., 47 (1999) 2047.
- 85. M. Kawazoe, T. Shibata, T. Mukai and K. Higashi, Scripta Mater., 36 (1997) 699.

- P. Berbon, M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto, N. Tsenev, R. Z. Valiev and T. G. Langdon, Mater. Sci. Forum, 217-222 (1996) 1013.
- 87. Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto and T. G. Langdon, Acta Mater., 45 (1997) 4733.
- 88. Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto and T. G. Langdon, Acta Mater., 46 (1998) 3317.
- S. Ferrasse, V. M. Segal, K. T. Hartwig and R. E. Goforth, Metall. Mater. Trans., 28A (1997) 1047.
- D. Yamaguchi, Z. Horita, M. Nemoto and T. G. Langdon, Scripta Mater., 41 (1999) 791.
- 91. A. Gholinia, P. B. Prangnell and M. V. Markushev, Acta Mater., 48 (2000) 1115.
- 92. H. P. Pu, F. C. Liu and J. C. Huang, Metall. Mater. Trans., 26A (1995) 1153.
- 93. T. R. Mcnelley, R. Crooks, P. N. Kalu and S. A. Rogers, Mater. Sci. Eng., A166 (1993) 135.
- 94. Y. S. Han and S. H. Hong, Scripta Mater., 36 (1997) 557.
- T. G. Nieh, R. Kaibyshev, L. M. Hsiung, N. Nguyen and J. Wadsworth, Scripta Mater., 36 (1997) 1011.
- 96. T. G. Nieh, R. Kaibyshev, F. Musin and D. R. Lesuer, "Superplasticity and Superplastic Forming", TMS, (1998).
- 97. Y. Saito, N. Tsuji, H. Utsunomiya, T Sakai and R. G. Hong, Scripta Mater, 39 (1998)1221.
- 98. I. C. Hsiao and J. C. Huang, Scripta Mater., 40 (1999) 697.
- 99. I. C. Hsiao, J. C. Huang and S. W. Su, Mater. Trans., JIM, 40 (1999) 744.
- 100. I. C. Hsiao, S. W. Su and J. C. Huang, Metall. Mater. Trans., 31A, (2000) 2550.
- E. K. Csetenyi, T. Torma, T. Turmezey, N. Q. Chinh, A. Juhasz and I. Kovacs, J. Mater. Sci., 27 (1992) 6141.
- 102. Z. H. Ismail, Scripta Metall. Mater., 32 (1995) 457.
- 103. B. Y. Lou, T. D. Wang, J. C. Huang and T. G. Langdon, Sumitted to Acta Mater., (2000).
- 104. 張士欽,魯定中,陳學忠,超塑性成形與擴散接合學術研討會
  , (1994) 269.
- 105. A. Ball and M. M. Hutchinson, J. Metall. Sci., 3 (1969) 1.
- 106. O. D. Sherby and J. Wadsworth, ASM, Metal Park, Ohio, (1984) 355.

- 107. J. Weertman, J. Appl. Phys., 28 (1957) 1185.
- 108. 顏順興, "國立中山大學材料科學研究所碩士論文", (1991).
- H. P. Pu, S. H. Yen, J. C. Huang and P. W. Kao, "Proc. Superplasticity in Advanced Materials" (ISCAM 1991), ed. S. Hori, M. Tokizane and N. Furushiro, JSRS, Osaka, Japan, (1991) 429.
- 110. 普翰屏, "國立中山大學材料科學研究所碩士論文", (1991).
- 111. 普翰屏, "國立中山大學材料科學研究所博士論文", (1995).
- 112. T. G. Nieh, R. Kaibyshev, F. Musin and D. R. Lesuer, "Superplasticity and Superplastic Forming", ed. A. K. Ghosh and T. R. Bieler, TMS, Warrendale, PA, (1998) 137.
- 113. A. J. Ardell, Metall. Trans., 16A (1985) 2131.
- R. Y. Huang, S. C. Chen and J. C. Huang, unpublished research, National Sun Yat-Sen Univ., Taiwan, (2000).
- 115. M. Hatherley and W. B. Hutchinson, "An Introduction to Texture in Metals", The Institute of Metals, London.
- 116. M. Mabuchi, T. Imai, K. Kubo, K. Higashi and S. Tanimura, Mater. Lett., 12 (1991)276.
- A. L. Greer, A. M. Bunn, A. Tronche, P. V. Evans and D. J. Bristow, Acta Mater., 48 (2000) 2823.
- 118. R. B. McLellan and T. Ishikawa, J. Phys. Chem. Solids, 48 (1987) 603.
- 119. 樓百堯, "國立中山大學材料科學研究所博士論文", (1999).
- B. Y. Lou, T. D. Wang, J. C. Huang and T. G. Langdon, accepted by International Conf. "Superplasticity in Advanced Materials" (ICSAM 2000), Orlando, US (2000).
- 121. M. Mabuchi, H. Iwasaki and K. Higashi, Acta Mater., 46 (1998) 5335.
- 122. G. M. Pharr and M.F. Ashby, Acta Metall., 31 (1983) 129.
圖1-1 各種鋁基材料伸長率與應變速率之關係圖[10]

圖 1-2 MA 材料與 MMC 材料裂孔 體積分率與真實應變關係圖 [10]

圖1-3 MA材料裂孔體積分率與應變之關係圖[10]

圖 1-4 ECAE 加工技術各種擠製路徑模擬圖[88]

圖1-5 ECAE加工過程所定義之剪切方向的三軸面[88]

圖1-6 細晶材料之高温變形行為[10]

圖1-7 晶界滑移與差排滑移兩機構對晶粒細化之關係圖[10]

圖1-8 不同m值時面積減少率與面積變化之趨勢[104]

圖2-1 本實驗研究方向之設計流程圖

圖 2-2 50 噸油壓式真空熱壓機及艙門內裝

圖2-3 真空熱壓之程式執行模擬圖

## 圖 2-4 實驗步驟流程圖

圖 2-5 350 噸雙側橫軸式油壓擠型機

圖2-6 日製HF可調轉速滾壓機

圖 2-7 各種拉伸試片尺寸規格圖

圖2-8 拉伸試棒之尺寸規格圖

圖 2-9 Instron 1125 型 齒 輪 傳 動 式 萬 能 試 驗 機 及 其 高 溫 爐

圖 2-10 Instron 5582 型 齒 輪 傳 動 式 萬 能 試 驗 機 及 其 高 溫 爐

圖 2-12 EBSD 裝置系統示意圖

圖 2-13 FCC 晶格結構經壓延與退火後之典型極圖 [115]

圖 3-1 原始鑄造壓延材金相圖

圖 3-2 6061 Al 鑄造壓延材經CR1 熱機處理之TEM 照片,次晶粒大小約 為 0.5-1.0 μm (a)

圖 3-3 鑄造材經ECAE 加工處理之TEM照片(a)橫向(b)擠形方向

(b)

## 圖3-4 原始鑄造壓延材之室溫性質

圖 3-5 鑄造壓延材經過TMT處理之室溫性質

## 圖 3-6 ECAE 試片之室溫性質

圖 3-7 AR 試片於 300 ℃之應力與應變曲線圖

圖 3-8 AR 試片於 500 ℃之應力與應變曲線圖

圖 3-9 6061 合金經過時效處理之析出相

圖 3-10 AR 試片在應變速率 1x10<sup>-2</sup> s<sup>-1</sup> 時之應力與應變曲線圖

圖 3-11 CR1 試片經壓延至2mm厚度,在400℃時之應力應變曲線圖

圖 3-12 CR1 試片經壓延至2mm厚度,在500℃時之應力應變曲線圖

圖 3-13 CR1 試片經壓延至2mm厚度,在5x10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>時之應力應變曲線圖

圖 3-14 CR1 試片經壓延至2mm厚度,在1x10<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup>時之應力應變曲線圖

圖 3-15 CR1 試片經壓延至1 mm 厚度,在1x10<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup> 時之應力應變曲線圖
圖 3-16 CR2 試片經壓延至2mm厚度,在300℃時之應力應變曲線圖

圖 3-17 CR2 試片經壓延至2mm厚度,在500℃時之應力應變曲線圖

圖 3-18 CR2 試片經壓延至2mm厚度先施以300℃之靜態退火處理後,在500℃時之應力與應變曲線圖

圖 3-19 CR2 試片在不同情況下之m值比較圖

圖 3-20 ECAE 試片在 1x10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup> 時之應力與應變曲線圖

圖 3-21 ECAE 試片在 350℃時之應力與應變曲線圖

圖 3-22 PM 6061 經真空熱壓後之 SEM 照片

(a)

(b)

圖 3-23 PM 6061 經 42:1 擠型後之 SEM 照片(a) 擠型前段(b) 擠型後段

(a)

圖 3-24 PM 6061 經 42:1 擠型後之 TEM 照片 (a) 擠型前段 (b) 擠型後段

(a)

圖 3-25 PM 6061 經擠型與壓延後之 TEM 照片 (a) 壓延至2 mm 厚度 (b) 壓 延至1 mm 厚度 圖 3-26 PM 6061 加工後,在 300 ℃ 施以靜態退火處理1小時之TEM 照片

圖 3-27 PM 6061/1%SiC 經真空熱壓後之 SEM 照片

(a)

圖 3-28 PM6061/1%SiC 經 42:1 擠型後之 SEM 照片 (a) 擠型方向 (b) 横向

圖 3-29 PM6061/1SiC 微結構中存在的大顆粒不純物,大小約為5-10 µm

圖 3-30 潤滑劑 BN 粉粒之微觀組織

圖 3-31 納米級 SiC 粉末裡面所參雜之大顆粒,大小約為5-10 µm

(a)

圖 3-32 6061 鋁 粉 與 SiO2 納 米 粉 末 混 合 情 況 (a) 1k 倍 (b) 4k 倍

圖 3-33 PM 6061/1%SiO2 經 真 空 熱 壓 後 之 SEM 照 片

(a)

圖 3-34 PM 6061/1%SiO2 經 42:1 擠型之TEM 試片 (a) 擠型前段 (b) 擠型後段

(a)

## 圖 3-35 PM 6061/1%SiO2 經 100:1 擠型之TEM 試片 (a) 擠型前段 (b) 擠型後段

(a)

圖 3-36 PM 6061/1%SiO₂經 42:1 擠型與室溫冷壓延至4mm厚度之TEM照片(a)未退火(b)施以300℃與30分鐘之退火處理

(a)

## 圖 3-37 PM 6061/1%SiO₂經 42:1 擠型與 300℃溫壓延至4mm厚度之TEM照片(a)未退火(b)施以 300℃與15分鐘之退火處理

(a)

## 圖 3-38 PM 6061/1%SiO<sub>2</sub>經 42:1 擠型與壓延至2mm厚度之TEM照片(a)室 溫冷壓延(b) 300℃溫壓延

圖 3-39 PM 6061/1%SiO2 經 42:1 擠型與室溫冷壓延至1mm厚之TEM照片

圖 3-40 PM 6061/1%SiO₂ 經 42:1 擠型與 300 ℃溫壓延至1mm厚之TEM照片

(a)

(b)

圖 3-41 PM 6061/1%SiO2 經 42:1 擠型與室溫冷壓延後,再施以靜態退火

## 之 TEM 照 片

(a) 300 °C, 1h (b) 500 °C, 1 h (c) 550 °C, 1 h (d) 590 °C, 10 min (e) 590 °C, 1 h (c)

(d)

(e)

(a)

(b)

圖 3-42 PM 6061/1%SiO₂ 經 42:1 擠型與 300 ℃ 溫壓延後再施以靜態退火 之 TEM 照片 (a) 300 ℃, 1h (b) 500 ℃, 1 h

(a)

(b)

圖 3-43 SiO<sub>2</sub> 強化顆粒在高倍率之TEM下觀察,大小約在100 nm以下 (a) 30k倍(b) 50k倍

圖 3-44 PM 6061 經擠型與壓延後,在高溫高速下之應力應變曲線圖

圖 3-45 PM 6061/1%SiC 經 19:1 擠型後之室溫機械性質

圖 3-46 PM 6061/1%SiC 經 300 ℃ 19:1 擠型後,在 500 ℃ 時之拉伸應力與應變曲線圖

圖 3-47 PM 6061/1%SiC 經 500 ℃ 42:1 擠型後, 500 ℃ 之應力應變曲線圖

圖 3-48 PM 6061/1%SiC 經 500 ℃ 42:1 擠型後,1x10<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup>之應力應變曲線圖

圖 3-49 PM 6061/1%SiO2 經 42:1 擠型後之室溫機械性質

圖 3-50 PM 6061/1%SiO2 經 42:1 擠型與壓延至2mm厚度後之室溫機性

圖 3-51 PM 6061/3%SiO<sub>2</sub> 經 42:1 擠型與壓延至2mm厚度後之室溫機性

圖 3-52 PM 6061/1%SiO2 經 42:1 擠型後不同條件下之應力與應變曲線圖

圖 3-53 PM 6061/1%SiO₂經 100:1 擠型後 500 ℃之應力與應變曲線圖

圖 3-54 PM 6061/1%SiO₂經 42:1 擠型與壓延至2mm厚度後,在低速1x10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>之應力與應變曲線圖(a) 300℃溫壓延(b)室溫冷壓延 圖 3-55 PM 6061/1%SiO₂經 42:1 擠型與 300 ℃溫壓延至2mm厚度後,在高溫下之應力與應變曲線圖

圖 3-56 PM 6061/1%SiO<sub>2</sub> 經 42:1 擠型與室溫冷壓延至2mm厚度後,在高溫下之應力與應變曲線圖
圖 3-57 PM 6061/1%SiO₂經 42:1 擠型與室溫冷壓延至2mm厚度後,在不同條件下之應力與應變曲線圖(a) 500 °C (b) 550 °C (c) 570 °C

圖 3-58 PM 6061/1%SiO₂經 42:1 擠型與室溫冷壓延至1mm厚度後,在不同條件下之應力與應變曲線圖(a) 550 ℃(b) 570 ℃(c) 590 ℃

圖 3-59 PM 6061/1%SiO₂經 42:1 擠型與 300 ℃溫壓延至1 mm厚度後,在 不同條件下之應力與應變曲線圖 (a) 550 ℃ (b) 570 ℃ (c) 590 ℃ 圖 3-60 PM 6061/1%SiO<sub>2</sub> 經 42:1 擠型與 Step-rolling 至 1 mm 厚度後,在 5x10<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup>之應力與應變曲線圖

圖 3-61 PM 6061/1%SiO₂經 100:1 擠型與 300 ℃溫壓延至1 mm厚度後,在 590 ℃之應力與應變曲線圖 圖 3-62 PM 6061/1%SiO₂經 100:1 擠型與 300 ℃溫壓延至1 mm厚度後,在 1x10<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup>之應力與應變曲線圖

圖 3-64 6061 粉末熱分析圖

## 圖 3-65 PM 6061 合金熱分析圖

圖 3-66 PM 6061/1%SiO<sub>2</sub> 強化材熱分析圖 (a) 溫壓延 (b) 室溫冷壓延

圖 3-67 鑄造壓延合金經過CR1熱機處理後,在應變速率1x10<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup>與不 同溫度下拉伸破斷面觀察,由上而下分別為AR,400℃,450℃,500 ℃與550℃之試片 圖 3-68 鑄造壓延合金經過CR1熱機處理後,在500℃與不同應變速率下拉伸破斷面觀察,由上而下分別為1x10<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup>,1x10<sup>-2</sup> s<sup>-1</sup>與5x10<sup>4</sup> s<sup>-1</sup>之

試片

(a)

(b)

圖 3-71 材料經過T6處理後,室溫拉伸之SEM破斷面觀察(a) PM 6061

合金(b) P M 6061/1%SiO2 強化材

(a)

(b)

圖 3-72 PM 6061/1%SiO₂ 強化材在高温高速拉伸後之破斷面抽絲情況, (a) 550 ℃ (b) 570 ℃ (c) 590 ℃

(c)

(b)

圖 3-73 為圖 3-72 之更高倍率 (4 k 倍) 觀察

(c)

(b)

- 圖 3-74 PM 6061/1%SiO<sub>2</sub> 強化材在610℃下不同應變速率拉伸之破斷面 抽絲情況,(a) 5x10<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup> (b) 1x10<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup> (c) 1x10<sup>-2</sup> s<sup>-1</sup> (d) 1x10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>
  - (c)

(d)

(a)

(b)

## 圖 3-75 PM 6061 合金在高溫高速拉伸後之破斷面, (a) 550 ℃ (b) 570 ℃ (c) 590 ℃

(c)

圖 3-76 Random 之微織構晶界角度分布示意圖

## 圖 3-77 鑄造壓延材經不同熱機處理後之晶界角度分布圖, (a) CR1 (b) CR2 (c) CR3

圖 3-78 鑄造壓延材經CR1 熱機處理後之 mapping 圖

圖 3-79 鑄造壓延材經CR2 熱機處理後之 mapping 圖

圖 3-80 鑄造壓延材經CR3 熱機處理後之 mapping 圖

圖 3-81 鑄造壓延材經CR1熱機處理後之極圖與反極圖

圖 3-82 鑄造壓延材經CR2熱機處理後之極圖與反極圖

圖 3-83 鑄造壓延材經CR3熱機處理後之極圖與反極圖

圖 3-84 鑄造壓延材經CR2熱機處理後,拉伸量 60%之極圖與反極圖

圖 3-85 鑄造壓延材經CR2熱機處理後,拉伸量 80%之極圖與反極圖
圖 3-86 鑄造壓延材經CR2熱機處理後,再施以拉伸變形之晶界角度 分布圖 (a) 60% 伸長量 (b) 80% 伸長量 圖 3-87 鑄造壓延材經ECAE熱機處理後之極圖與反極圖

圖 3-88 鑄造壓延材經ECAE熱機處理後之晶界角度分布圖

圖 3-89 PM 6061 合金經熱機處理後之極圖與反極圖

圖 3-90 PM 6061 合金經熱機處理後之晶界角度分布圖

圖 3-91 PM 6061/1%SiO2 強化材經溫壓延至2mm厚度之極圖與反極圖

圖 3-92 PM 6061/1%SiO2 強化材經溫壓延至1mm厚度之極圖與反極圖

## 圖 3-93 PM 6061/1%SiO<sub>2</sub> 強化材經溫壓延後之晶界角度分布圖 (a) 2 mm 厚度 (b) 1 mm 厚度

圖 3-94 PM 6061/1%SiO2 強化材經冷壓延至2mm厚度之極圖與反極圖

圖 3-95 PM 6061/1%SiO2 強化材經冷壓延至1mm厚度之極圖與反極圖

圖 3-96 PM 6061/1%SiO<sub>2</sub> 強化材經冷壓延後之晶界角度分布圖 (a) 2 mm 厚度 (b) 1 mm 厚度

圖 3-97 PM 6061/1% SiO2 強化材經冷壓延後,再施以高溫高速拉伸

## 200%後之極圖與反極圖

圖 3-98 PM 6061/1% SiO<sub>2</sub> 強化材經冷壓延後,再施以高溫高速拉伸 200% 後之晶界角度分布圖

圖 3-99 各種配製與加工材料經過高溫處理後之晶粒尺寸成長比較圖

圖 3-100 鑄造壓延材與溫、冷壓延強化材三種角度比率對加工應變量之比較圖 (a) LAB (b) MAB (c) HAB

圖 3-101 鑄造壓延合金經不同高溫拉伸變形後,三種角度對加工應 變量之比較圖 (a) LAB (b) MAB (c) HAB

圖 3-102 鑄造壓延材經熱機處理後,在不同溫度下標距面積縮減率 與應變關係圖 (a) 1x10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup> (b) 1x10<sup>-2</sup> s<sup>-1</sup> (c) 1x10<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup> (d) 5x10<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup>

圖 3-103 PM 6061/1%SiO2 強化材經溫壓延後,在不同溫度下標距面積 縮減率與應變關係圖 (a) 1x10<sup>-2</sup> s<sup>-1</sup> (b) 1x10<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup> (c) 5x10<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup>

圖 3-104 PM 6061/1%SiO2 強化材經冷壓延後,在不同溫度下標距面積 縮減率與應變關係圖 (a) 1x10<sup>-2</sup> s<sup>-1</sup> (b) 1x10<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup> (c) 5x10<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup>

圖 3-105 PM 6061/20%SiC 複材經熱機處理後,在不同溫度下標距面積 縮減率與應變關係圖 (a) 1x10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup> (b) 1x10<sup>-2</sup> s<sup>-1</sup> (c) 1x10<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup> (d) 5x10<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup> 圖4-1 AI之彈性係數與溫度之關係圖

圖4-2 納米強化材在不同測試溫度下,流應力與應變速率關係圖

圖4-3 納米強化材在不同應變速率下,流應力與溫度關係圖

圖 4-4 鑄造壓延材、納米強化材與複材在不同溫度下,流應力與應
變速率關係之比較圖, (a) 500 °C (b) 550 °C (c) 570 °C (d) 590 °C (e) 610 °C

圖 4-5 納米強化材分別對於不同m值以流應力對 ∞<sup>m</sup> 作圖以尋找強化 材在不同溫度下之起始應力值, (a) m=0.3 (b) m=0.33 (c) m=0.4 (d) m=0.5 圖4-6 鑄造壓延合金在應變速率5x10<sup>-2</sup>s<sup>-1</sup>下,取n=5之應力與時間倒 數之半對數關係圖所得到的表面活化能

圖4-7 納米強化材在流應力8MPa下之應變速率與溫度倒數之半對 數關係圖所得到的表面活化能 圖4-8 納米強化材以應變速率1x10<sup>-1</sup>s<sup>-1</sup>下,取適當n值之應力與時間 倒數之半對數關係圖所得到的表面活化能

## 圖 4-9 PM 6061/20%SiC 複材在應變速率 5x10<sup>-2</sup> s<sup>-1</sup>下,取 n=2之應力與時 間倒數之半對數關係圖所得到的表面活化能

## 圖 4-10 材料在不同溫度下, (σ-σ<sub>th</sub>)/E與應變速率之對數關係圖, (a) 納米強化材(b)複材

 圖 4-11 材料在應變速率1x10<sup>-1</sup>s<sup>-1</sup>下,取n=2之(σ-σ<sub>th</sub>)/E與溫度倒數之半 對數關係圖所得到的真實活化能,(a)納米強化材(b)複材  圖 4-12 材料在應變速率1x10<sup>-2</sup> s<sup>-1</sup>下,取n=2之(σ-σ<sub>th</sub>)/E與溫度倒數之半 對數關係圖所得到的真實活化能,(a)納米強化材(b)複材
圖 4-13 材料取適當之(σ- $\sigma_{th}$ )/E 值之應變速率與溫度倒數之半對數關 係圖所得到的真實活化能, (a)納米強化材, (σ- $\sigma_{th}$ )/E=1x10<sup>4</sup> (b)複材, (σ- $\sigma_{th}$ )/E=2x10<sup>-5</sup>