

# 通電退火之電流密度對 SUS304 不銹鋼性質影響

## Effect of Current density on Properties of SUS304

### Stainless Steel by Current Annealing

\*楊玉森<sup>1</sup> 林家逸<sup>1</sup>

<sup>1</sup>.國立高雄第一科技大學機械與自動化工程系

Yu-Sen Yang<sup>1\*</sup>, Chia-yi Lin<sup>1</sup>

1. Department of Mechanical and Automation Engineering, National Kaohsiung First University of Science and Technology

#### 摘要

本研究以 SUS304 不銹鋼線材為實驗材料。經 82.6%伸線加工後，進行通電退火，研究通於不同電流密度(d)下，其機械性質、物理性質及顯微組織結構變化。在固定通電時間 10sec 下，當電流密度由 5A/mm<sup>2</sup> 升至 150A/mm<sup>2</sup>，由電流密度與各性質關係圖及顯微組織結構中，得到以下實驗結果(1) 電流密度在 5A/mm<sup>2</sup> 至 50A/mm<sup>2</sup> 以下為回復階段，微硬度值(Hv)由 Hv522.3 降至 Hv452.9，降伏強度(σ<sub>YS</sub>)由 122.8 降至 102.3Kg/mm<sup>2</sup>、抗拉強度(σ<sub>UTS</sub>)由 168.5 降至 137.2Kg/mm<sup>2</sup>，伸長率(Elongation)由 1.7 升至 5.1%，電阻率(ρ)由 9.077 降至 8.711μΩ/cm。(2) 電流密度在 50A/mm<sup>2</sup> 至 75A/mm<sup>2</sup> 以下為再結晶階段，微硬度值由 Hv396.2 降至 Hv271.8，降伏強度由 96.7 降至 63.5Kg/mm<sup>2</sup>、抗拉強度由 126.7 降至 90.3Kg/mm<sup>2</sup>，伸長率由 6.8 升至 28.1%，電阻率由 8.410 降至 7.369μΩ/cm。(3) 電流密度在 75A/mm<sup>2</sup> 至 150A/mm<sup>2</sup> 為晶粒成長階段，微硬度值由 Hv243.6 降至 Hv193.8，降伏強度由 53.7 降至 26.5Kg/mm<sup>2</sup>、抗拉強度由 83.7 降至 64.9Kg/mm<sup>2</sup>，伸長率由 32.8 升至 42.6%，電阻率由 7.212 降至 7.022μΩ/cm。

隨電流密度升，線材平均晶粒徑由 12.6μm 增至 52.5μm。其中 50 A/mm<sup>2</sup> 及 75A/mm<sup>2</sup> 分別為再結晶起始與結束之電流密度。經通電退火後，改變之特性透過斜率計算與線性迴歸分析，推導出電流密度對退火機制的關係式。

關鍵詞：SUS304 不銹鋼線材、通電退火、再結晶

#### Abstract

Using SUS304 stainless steel wires as the test material. After 82.6% stretches the line to process, Research Qualcomm on different current density (d), its mechanical properties, physical properties and microstructure of structural changes. 10sec electricity at a fixed time, when the current density 5A/mm<sup>2</sup> rose by 150A/mm<sup>2</sup>, by the current density and the nature of the relationship between the micro-plans and organizational structure, get the following results (1) current density in the 5A/mm<sup>2</sup> to 50A/mm<sup>2</sup> for the reply to the following stage, micro-hardness value (Hv) from Hv522.3 to Hv452.9, yield strength (σ<sub>YS</sub>) from 122.8 to 102.3Kg/mm<sup>2</sup>, tensile strength

( $\sigma_{UTS}$ ) from 168.5 to 137.2Kg/mm<sup>2</sup>, elongation (Elongation) from 1.7 up to 5.1%, resistivity ( $\rho$ ) from 9.077 to 8.711 $\mu\Omega$ /cm. (2) current density in the 50A/mm<sup>2</sup> to 75A/mm<sup>2</sup> Following recrystallization stage, the micro-hardness value Hv396.2 reduced by Hv271.8, yield strength from 96.7 to 63.5Kg/mm<sup>2</sup>, tensile strength from 126.7 to 90.3Kg/mm<sup>2</sup>, elongation from 6.8 up to 28.1% resistance rate increased from 8.410 to 7.369 $\mu\Omega$ /cm. (3) current density in the 75A/mm<sup>2</sup> to 150A/mm<sup>2</sup> for grain growth stage, micro-hardness value Hv243.6 reduced by Hv193.8, yield strength from 53.7 to 26.5Kg/mm<sup>2</sup>, tensile strength from 83.7 to 64.9Kg/mm<sup>2</sup>, elongation rate increased from 32.8 up to 42.6% resistance rate increased from 7.212 to 7.022 $\mu\Omega$ /cm. With the current density rise, the average grain size wire from 12.6 $\mu$ m to 52.5 $\mu$ m. 50 A/mm<sup>2</sup> and which were 75A/mm<sup>2</sup> recrystallization start and the end of the current density. Annealed by the power to change the characteristics of the slope calculated by linear regression analysis and derived from current density on the relationship between the annealing mechanisms.

Keywords: SUS304 stainless steel wire, current-annealing, recrystallization

## 一、前言

304 沃斯田鐵系不銹鋼線材為一廣泛使用之工業材料，抽製成線材可增加其應用性，由於抽製過程會產生加工硬化行為，加工量累積達一定程度時，需進行退火處理，使材料軟化，後續加工(如細線抽製、編網等)得以順利進行。目前的退火製程仍以電熱絲加熱方式的光輝燒焯為主，此方式需耗費較大的空間，且加熱的爐管與保護氣體皆屬於

消耗性材料，若能開發出成本較低的退火製程，將能增加產品的競爭力。通電退火為有潛力替代傳統電熱絲加熱的製程，已經有鋁合金板材利用通電的方式進行退火<sup>(1)</sup>電退火主要是以電流產生電阻熱，使材料得以軟化，而電流的控制對於金屬材料的諸多行為有明顯的影響，例如時效析出行為<sup>(2-4)</sup>再結晶行為<sup>(5,6)</sup>、結晶化行為<sup>(7)</sup>。其中再結晶行為是使材料軟化的重要原因之一，所以本研究以改變電流密度的方式，觀察電流密度對於不銹鋼線材的組織演變效應，且評估以通電退火方式替代電熱絲加熱退火的可行性。材料經過一定強度之電流密度的通電後，會造成溶質原子部分重新溶入基體內，並且部分合金元素之原子會隨著電流通過材料而產生電遷移效應<sup>(8-10)</sup>。通電後不銹鋼線材的抗拉強度與經過電熱絲退火處理之線材相近，由實驗結果得知SUS304不銹鋼線材經通電後，其組織及機械性質產生顯著差異。在本研究中將針對此差異進行組織的觀察並對線材進行比較，包括拉伸性質、微硬度、電阻率、顯微組織的再結晶行為機制探討等，並由斜率計算及線性迴歸分析，導出電流密度對性質影響的關係式，將有助於獲得到最佳化製程參數，使生產效率提高。

## 二、實驗方法

### 2.1 線材與通電退火設備

本實驗選用 SUS304 不銹鋼線材，線徑由 1.2mm 經伸線加工成線徑為 0.5mm 當為實驗材料，化學成份，如 Table.1。伸線原理為縮小線材的斷面，同時也改變斷面形狀作業稱為抽製(drawing)，主要工具為眼模(dies)，經由眼模達到素材縮小斷面的目的。而伸線製程線材由 1.2mm 經 10 道次伸線到 0.5mm，各道次之加工率如 Table.2 所示，總加工量為 82.6%，伸線作用圖如 Fig.1 所示。線材抽製完畢後未進行通電退火。通電設備示意圖如 Fig.2 所示。

## 2.2 實驗參數

本實驗的電流選用直流電，通電電極為銅製電極，兩電極間相距 300mm，通電時未通以保護氣氛，通電時間為 10sec，電流密度範圍  $5A/mm^2$  到  $150A/mm^2$ ，分為 25 種不同的電流密度作為實驗參數，依照不同電流密度將實驗試片分成 25 組，實驗條件與試片編號如 Table.3 所示，過程中使用熱電偶直接碰觸量測其線材中心點表面溫度，如 Fig.3 所示。

### 2.3.1 微硬度(micro-hardness)測試

取通電後線材中心橫截面作微硬度測試，分析退火後線材的硬度分佈，使用Vickers硬度測試機，荷重為100克重，負荷保持時間為10秒，每個刻痕間距約0.05mm，並找出硬度與電流密度關係。

### 2.3.2 拉伸測試

使用設備為德制Zwick 2.5N拉力機，在室溫下進行線材的拉伸測試，測試條件為測試距離200mm、拉伸速度175mm/min，拉伸結果為至少取三個退火條件相同試片，測試結果的平均值，並找出拉伸性質與電流密度關係。

### 2.3.3 金相微組織觀察

經研磨拋光後，使用濃度 65%之硝酸當電解腐蝕液，通電壓 1 伏特進行電解腐蝕，並觀察其金相組織變化。

### 2.3.4 線材電阻率量測

使用德制 Burster Model 2340 微電阻計，量測通電後 300mm 線材電阻率，量測三次取平均值，並找出電阻率與電流密度關係。

### 2.3.5 線材表面溫度量測

使用 K Type 熱電偶量測線材中心點表面溫度，量測三次取平均值。

## 三、實驗結果與討論

### 3-1 通電退火對微硬度之影響

通以不同電流密度後，其橫斷面微硬度與電流密度關係如 Fig.4 所示，由圖可區分三階段，電流密度在  $5A/mm^2$  至  $50A/mm^2$  以下

為回復階段，微硬度值(Hv)由 Hv522.3 降至 Hv452.9， $50A/mm^2$  至  $75A/mm^2$  以下為再結晶階段，微硬度值由 Hv396.2 降至 Hv271.8， $75A/mm^2$  至  $150A/mm^2$  為晶粒成長階段，微硬度值由 Hv243.6 降至 Hv193.8，表示硬度隨電流密度上升而降低，在回復階段硬度值較無明顯變化，由 Fig.8(J)顯微組織圖中可看出， $50A/mm^2$  時發生再結晶現象，其硬度下降至冷加工以前的性質，在晶粒成長階段，因微結構由冷加工的高應變狀態轉變成無應變狀態，隨無應變的晶粒成長出來如 Fig.8(O)至(Y)，硬度急速下降，其通電退火機制分析如 Fig.6 所示。

### 3-2 通電退火對拉伸性質之影響

線材經過不同電流密度通電後的拉伸性質如Fig.5所示，由圖可區分三個階段，電流密度在  $5A/mm^2$  至  $50A/mm^2$  以下為回復階段，降伏強度 ( $\sigma_{YS}$ ) 由 122.8 降至  $102.3Kg/mm^2$ 、抗拉強度 ( $\sigma_{UTS}$ ) 由 168.5 降至  $137.2Kg/mm^2$ ，伸長率(Elongation)由 1.7 升至 5.1%， $50A/mm^2$  至  $75A/mm^2$  以下為再結晶階段，降伏強度由 96.7 降至  $63.5Kg/mm^2$ 、抗拉強度由  $126.7Kg/mm^2$  降至  $90.3Kg/mm^2$ ，伸長率由 6.8 升至 28.1%， $75A/mm^2$  至  $150A/mm^2$  為晶粒成長階段，降伏強度由 53.7 降至  $26.5Kg/mm^2$ 、抗拉強度由 83.7 降至  $64.9Kg/mm^2$ ，伸長率由 32.8 升至 42.6%，表示降伏強度與抗拉強度隨電流密度上升而降低，而伸長率則相反，其通電退火機制分析如 Fig.7(a)至(c)所示。

### 3-3 通電退火對顯微組織之影響

由 Fig.8(D) 中可知，通以電流密度  $20A/mm^2$  退火後線材有明顯抽製加工的流紋狀金相，尚無再結晶現象。Fig.8(J)至(Y)分別為不同電流密度下經過相同通電時間後的金相組織，Fig.8(J)可觀察到明顯再結晶晶粒產生，此時電流密度為  $50A/mm^2$ ，推論此為再結晶起始電流密度，其金相組織已明顯與 Fig.8(D) 不同，而在 Fig.8(U) 可發現再結晶晶粒與退火雙晶的存在，不銹鋼材易發生退火雙晶現象，通電退火亦有此現象，再結晶晶

粒的尺寸隨著電流密度的上升而增加，其平均晶粒徑由12.6 $\mu\text{m}$ 增至 52.5  $\mu\text{m}$ 。Fig.9為通以不同電流密度相同通電時間與再結晶平均粒徑關係圖，Fig.8(L)的金相組織尚有應變型態與其它組通電線材不同，推斷較小的電流密度通電10秒後無法使其完全再結晶，僅處於部份再結晶的階段而已。線材在不同電流密度下通電退火時所量測到的溫度範圍約從58 $^{\circ}\text{C}$ 至1021 $^{\circ}\text{C}$ ，明顯低於傳統光輝燒焯所需溫度1130 $^{\circ}\text{C}$ ，不同電流密度通電時測得的溫度如Table.3所示。由於再結晶的晶粒徑隨電流密度增大而上升，造成Fig.8(O)至F(Y)晶粒徑的差異的原因之一有可能為通電時產生的溫度所致，此外，Fig.8(W)在通電10秒後就可產生比光輝燒焯製程還大的再結晶晶粒，所以推測電流密度可能是另一個影響通電退火再結晶晶粒尺寸的因素。將降伏強度及平均晶粒徑大小 $D^{-1/2}$ 帶入Hall-petch公式中，可得 $\sigma_{ys} = 21.93 + 99.47D^{-1/2}$ ，可表示粒徑與降伏強度間的關係。

### 3-4 電流密度與線材電阻率之影響

線材經過不同電流密度通電後的電阻率變化如 Fig.10 所示，由圖可區分三個階段，電流密度在 5A/mm<sup>2</sup> 至 50A/mm<sup>2</sup> 以下為回復階段，電阻率( $\rho$ )由 9.077 降至 8.711 $\mu\Omega/\text{cm}$ ，50A/mm<sup>2</sup> 至 75A/mm<sup>2</sup> 以下為再結晶階段，電阻率由 8.410 降至 7.369 $\mu\Omega/\text{cm}$ ，75A/mm<sup>2</sup> 至 150A/mm<sup>2</sup> 為晶粒成長階段，電阻率由 7.212 降至 7.022 $\mu\Omega/\text{cm}$ 。表示電阻率隨電流密度上升而降低，電阻在電流密度 50A/mm<sup>2</sup> 前階段已有下降現象，在此階段空位回復到冷加工以前的數目，空位會阻礙自由電子移動，隨空位數目下降電阻下降，在 50A/mm<sup>2</sup> 至 75A/mm<sup>2</sup> 階段電阻再下降，主要原因為產生再結晶，微結構由冷加工的高應變狀態轉變為無應變的狀態，應變會阻礙自由電子移動，即應變下降電阻下降，電流密度與硬度、電阻率關係如 Fig.11 所示，其通電退火機制分析如 Fig.12 所示。

### 3-5 電流密度與線材表面溫度關係

通電退火溫度測得溫度為線材中心表面溫度，如 Table.3 所示，溫度隨電流密度上升而上升，經線性迴歸分析後可得  $T(^{\circ}\text{C}) = -6.87 + 7.44d$ ，其電流密度與溫度之關係如 Fig.13 所示。

## 四、結論

1. 抽製完的線材經不同的電流密度通電退火後，微硬度值由Hv522.3Hv降至Hv193.8，可達到軟化線材的效果。
2. 拉伸性質方面，電流密度由5A/mm<sup>2</sup>升至150A/mm<sup>2</sup>退火後，降伏強度由122.8降至26.5Kg/mm<sup>2</sup>、抗拉強度由168.5降至64.9Kg/mm<sup>2</sup>，伸長率由1.7升至42.6%。遂可知降伏強度與抗拉強度隨電流密度上升而下降，伸長率則隨電流密度上升而上升。
3. 電流密度50A/mm<sup>2</sup>時，發生再結晶現象。電流密度由75A/mm<sup>2</sup>升至150A/mm<sup>2</sup>通電退火，可使平均晶粒徑由12.6  $\mu\text{m}$ 增至52.5 $\mu\text{m}$ ，平均粒徑隨電流密度上升而增大，且通電時間10秒，較傳統光輝燒焯退火時間約18秒快許多，相形下通電退火可在較短時間內，獲得再結晶晶粒，可藉由控制通電參數(電流密度)獲得到大小與光輝燒焯退火近似的晶粒。
5. 線材經不同的電流密度通電退火後，電阻率由9.077降至7.022  $\mu\Omega/\text{cm}$ ，表示電阻率隨電流密度上升而降低。
6. 通電退火製程中，在電流密度115A/mm<sup>2</sup>通電時間10秒，可達到與傳統光輝燒焯製程接近的機械性質效果，其量測溫度859 $^{\circ}\text{C}$ ，明顯低於光輝燒焯1150 $^{\circ}\text{C}$ ，相對減少能源耗費，可大符度降低成本，且可迅速調整製程條件。
7. 由電流密度與各性質關係及顯微組織結構圖中如Fig.14所示，得到以下結果，當電流密度 50A/mm<sup>2</sup> 以下為晶粒回復階段，50~75A/mm<sup>2</sup>間為再結晶階段，75~150A/mm<sup>2</sup>為晶粒成長階段，50 A/mm<sup>2</sup>及75A/mm<sup>2</sup>分別為再結晶起始與結束之電流密度，電流密度與退火三階段機制分析如Table.4所示。

## 五、參考文獻

1. M. Ishiguro, S. Maki and K.I. Mori, *JIM*, **54** (2004), pp. 526.
2. T. Koppelaar and C. Simcoe, *AIME Trans.* **227** (1963), pp.615.
3. Y. Onodera and K.I. Hirano, *J. Mater. Sci.* **11**, (1976), pp.809.
4. M. Shine and S. Herd, *Appl. Phys. Lett.* **20** (1972), pp.217.
5. Z.S. Xu, Z.H. Lai and Y.X. Chen, *Scr. Metall.* **22**, (1988), pp.187.
6. H. Conrad, A.F. Sprecher, W.D. Cao, X.P. Lu, H. Merchant, J. Crane and E. Chia, "Homogenization and Annealing of Aluminum and Copper Alloys", TMS, Warrendale, PA, (1990), pp.227.
7. A. Gupta, "Nanocrystallization of Amorphous Alloys: Comparison between Furnace and Current Annealing", *Intermetallics* **8**, (1999), pp. 287.
8. H. B. Huntington, *J. Phys. Chem. Solid*, **20**, 1961,p76-87.
9. J. R. Black, *Proc. IEEE* **57**(9), 1969, p1587.
10. J. A. Blech, *J. Appl. Phys.* **40** (2), 1969,p4

Table. 1 Chemical composition of SUS 304 Stainless Steel (wt%)

| Cr   | Ni   | Mn   | Cu   | Si   | Mo   | C    | P    | Fe  |
|------|------|------|------|------|------|------|------|-----|
| 18.6 | 8.25 | 1.36 | 0.46 | 0.38 | 0.12 | 0.05 | 0.03 | Bal |

Table. 2 1.2 to 0.50mm pumped single-channel processing capacity and the total processing capacity

| No.     | Die Diameter | Single-channel processing |
|---------|--------------|---------------------------|
| 1       | 1.200        | 0.00                      |
| 2       | 1.089        | 17.64                     |
| 3       | 0.992        | 17.02                     |
| 4       | 0.904        | 16.95                     |
| 5       | 0.830        | 15.70                     |
| 6       | 0.759        | 16.38                     |
| 7       | 0.695        | 16.15                     |
| 8       | 0.641        | 14.94                     |
| 9       | 0.590        | 15.28                     |
| 10      | 0.543        | 15.30                     |
| 11      | 0.500        | 15.21                     |
| Total : |              | 82.6%                     |

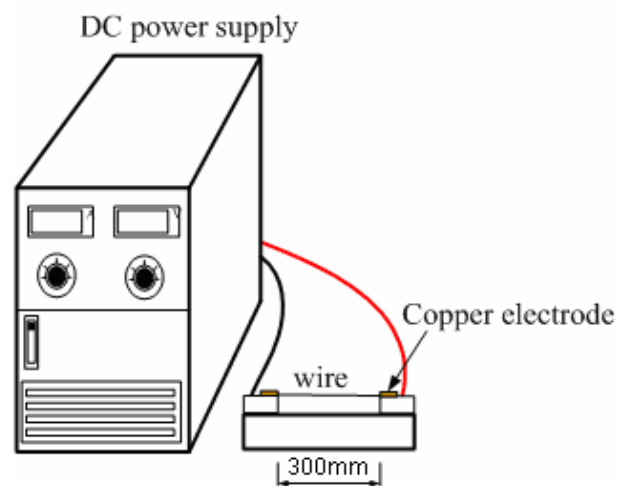


Fig. 2 Schematic diagram of power devices

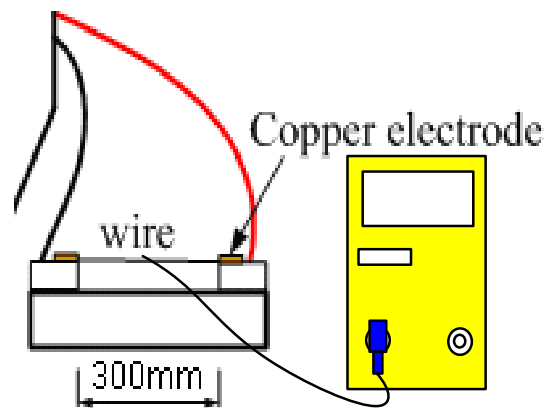


Fig. 3 Schematic diagram of temperature measurement

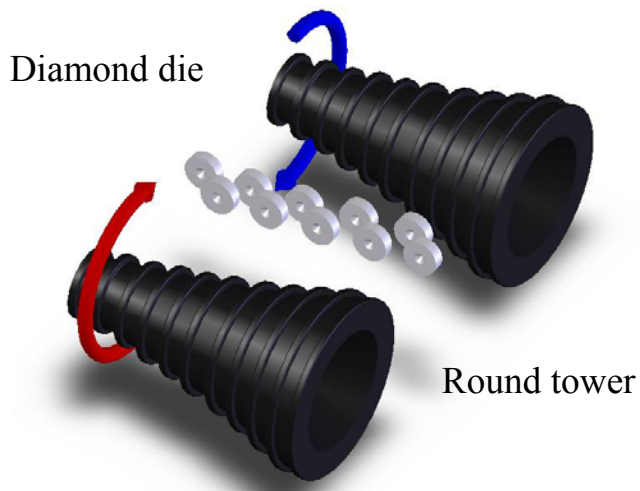


Fig. 1 Shen-line Schematic diagram of actuator

Table. 3 Test piece number, current density and temperature measurements

| Sample | Current density(A/mm <sup>2</sup> ) | Temperature(°C) |
|--------|-------------------------------------|-----------------|
| A      | 5                                   | 58              |
| B      | 10                                  | 76              |
| C      | 15                                  | 81              |
| D      | 20                                  | 98              |
| E      | 25                                  | 123             |
| F      | 30                                  | 157             |
| G      | 35                                  | 183             |
| H      | 40                                  | 236             |
| I      | 45                                  | 298             |
| J      | 50                                  | 349             |
| K      | 55                                  | 397             |
| L      | 60                                  | 468             |
| M      | 65                                  | 514             |
| N      | 70                                  | 587             |
| O      | 75                                  | 629             |
| P      | 80                                  | 672             |
| Q      | 85                                  | 703             |
| R      | 90                                  | 738             |
| S      | 95                                  | 763             |
| T      | 100                                 | 802             |
| U      | 115                                 | 859             |
| V      | 125                                 | 901             |
| W      | 135                                 | 942             |
| X      | 145                                 | 985             |
| Y      | 150                                 | 1021            |

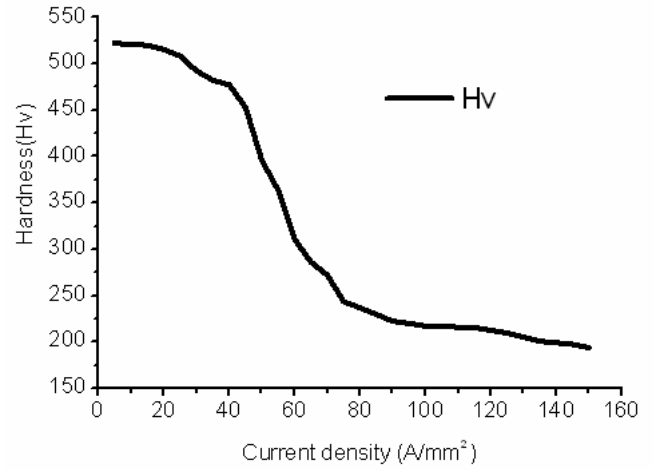


Fig. 4 Current density and hardness of the relationship between Qualcomm plans

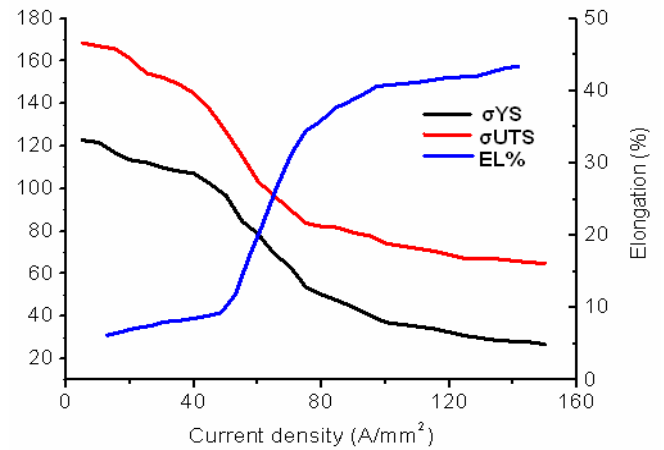


Fig.5 Current density and the nature of relationship between the tensile

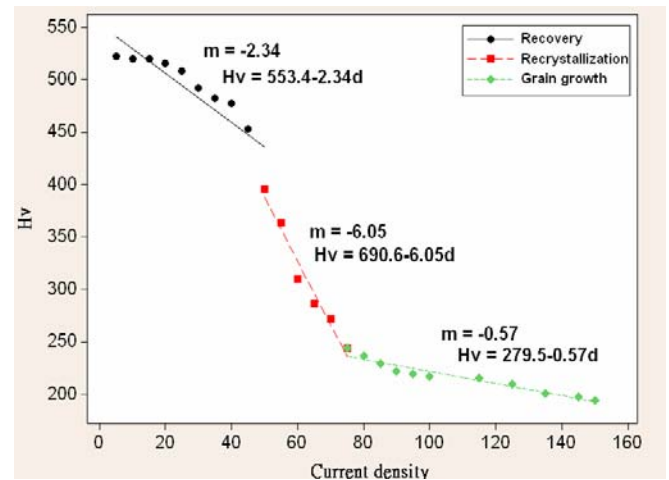


Fig.6 Current density and hardness analysis annealing mechanism



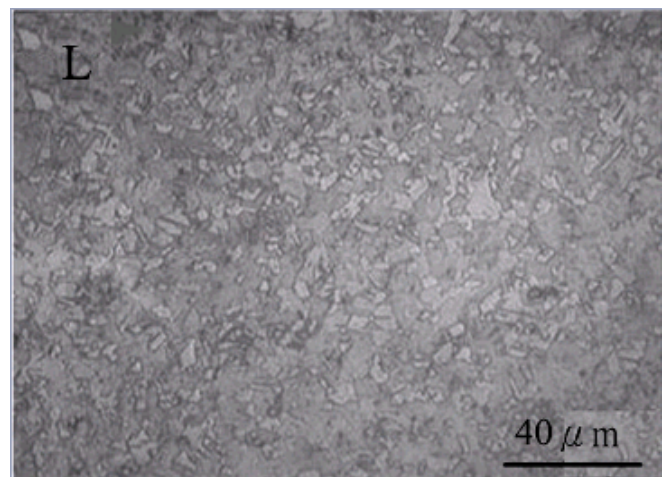
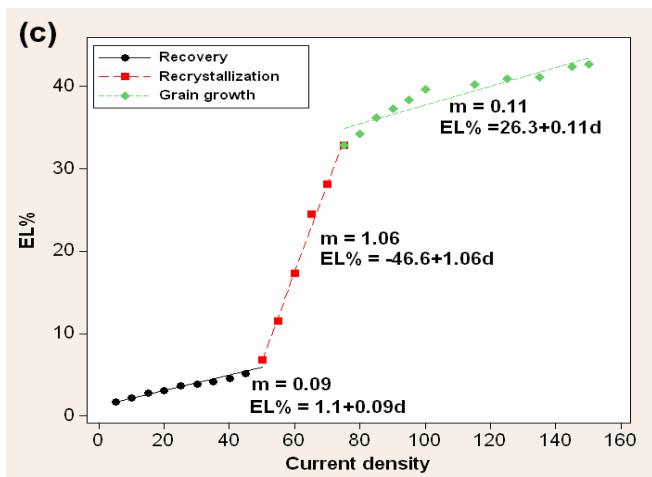
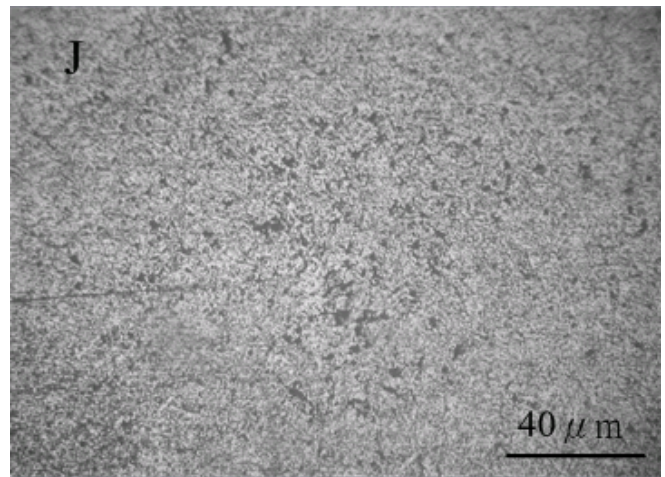
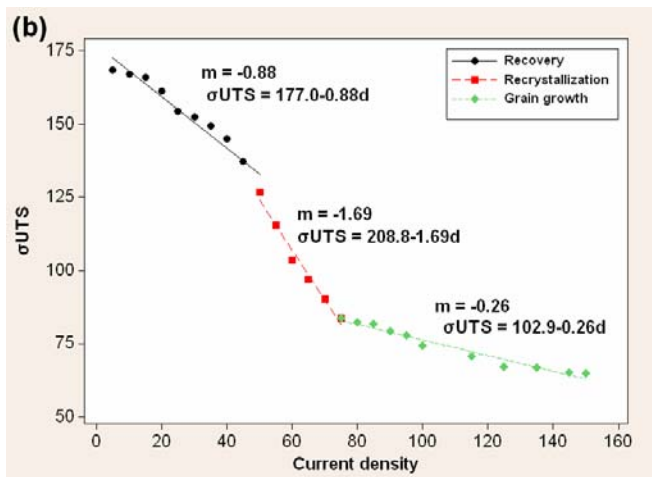
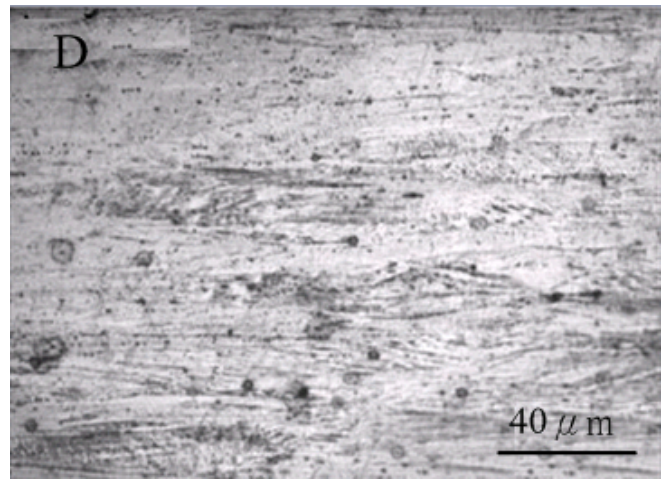
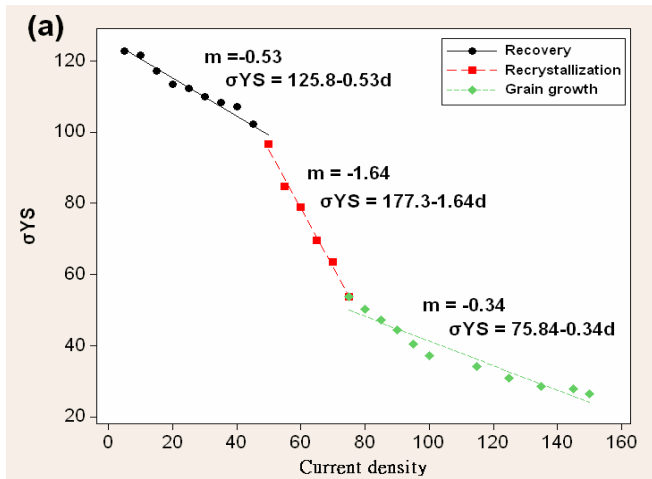


Fig.7 Current density and tensile analysis of the nature of the annealing mechanism (a) yield strength (b) tensile strength (c) elongation



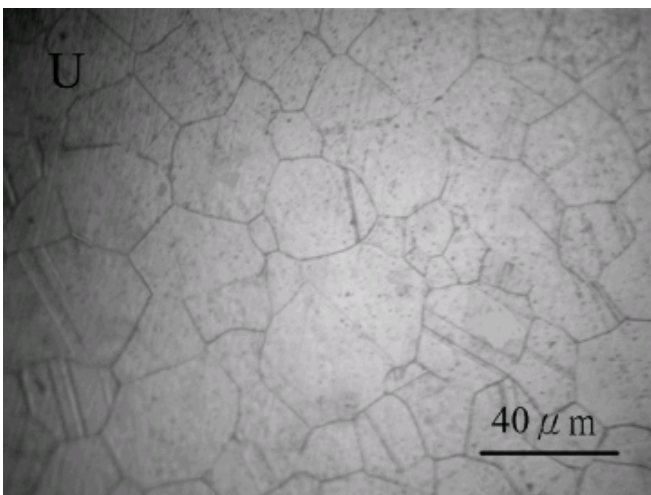
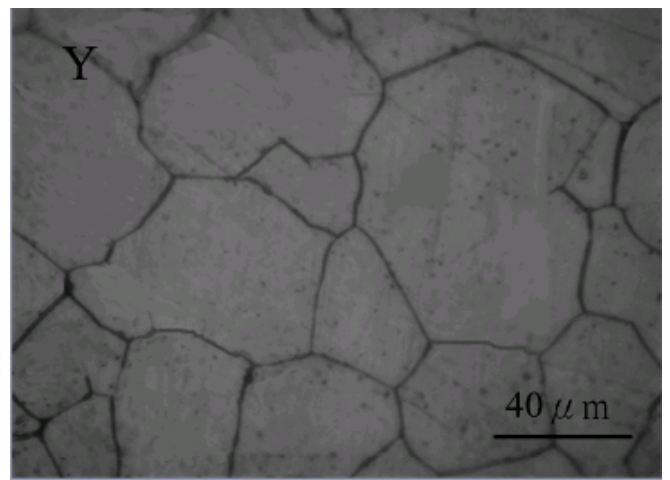
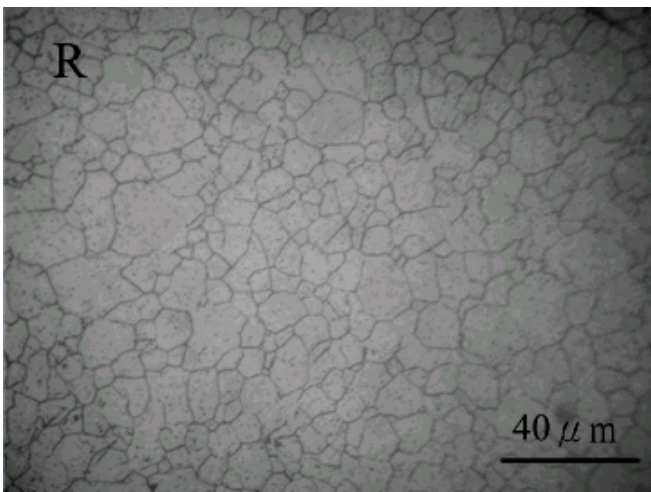
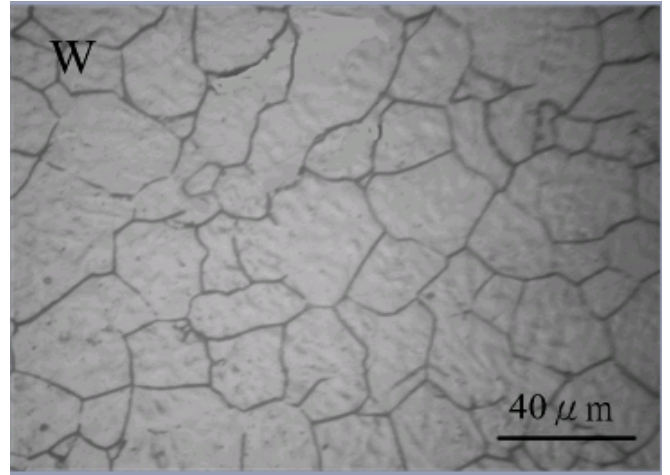
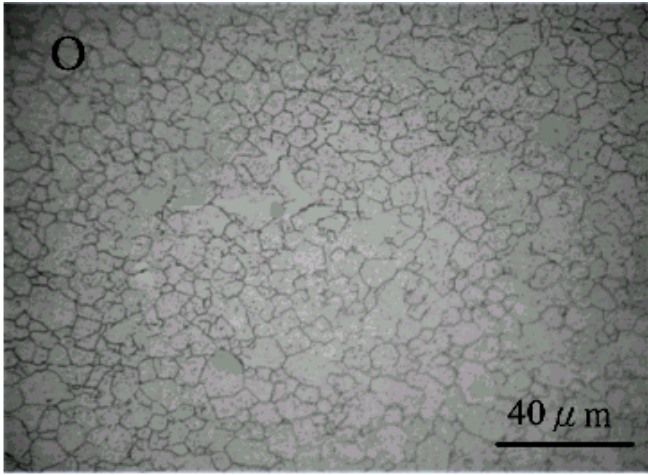


Fig.8 Pass with different current density of the wire after the cross-sectional observation of the microstructure

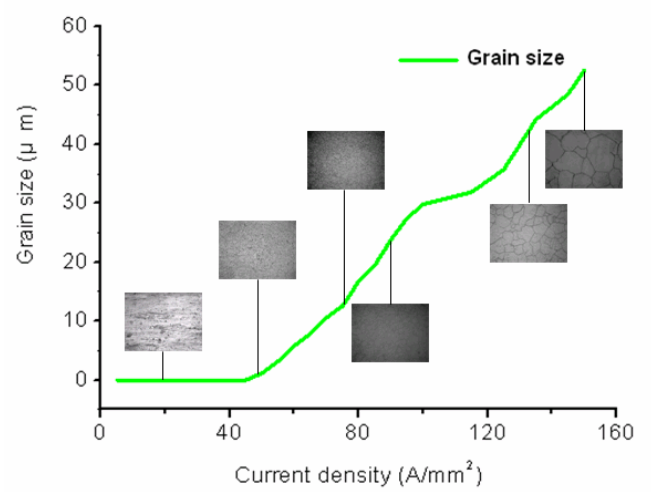


Fig.9 Current density and the relationship between the average grain size

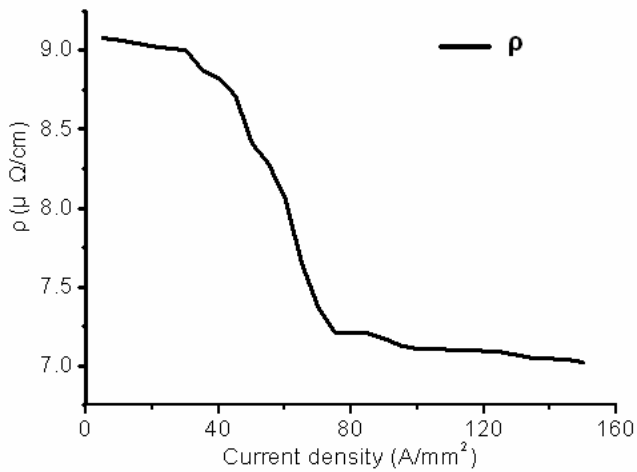


Fig. 10 Current density and resistivity diagram

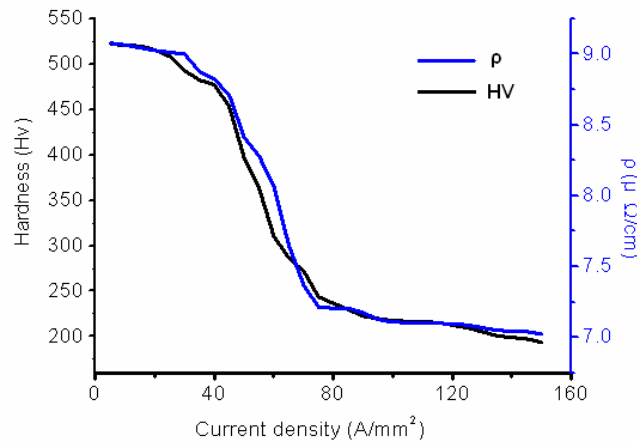


Fig. 11 Current density and the relationship between hardness and resistivity map

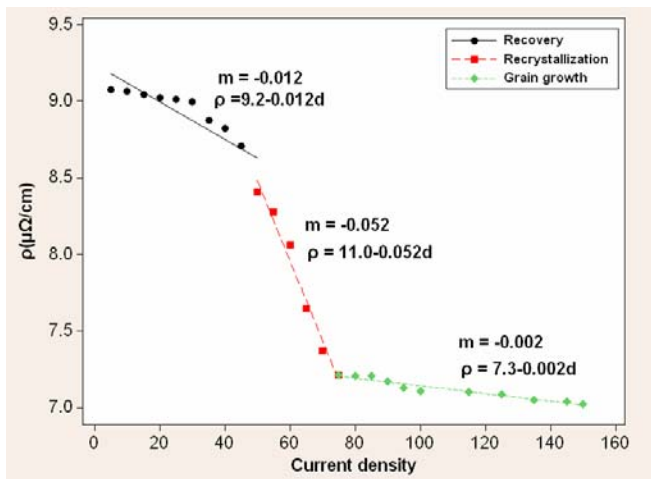


Fig. 12 Current density and resistivity annealing mechanism analysis

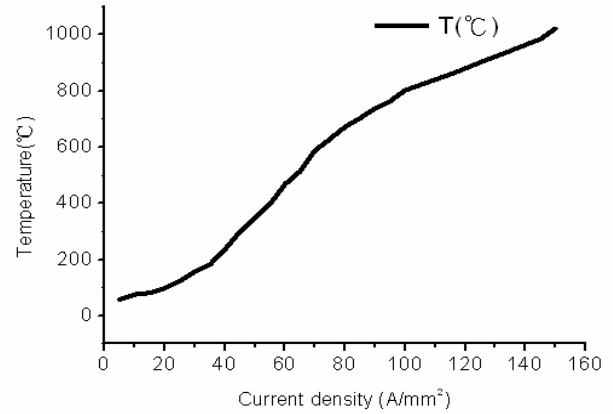


Fig. 13 Current density and temperature measurements diagram

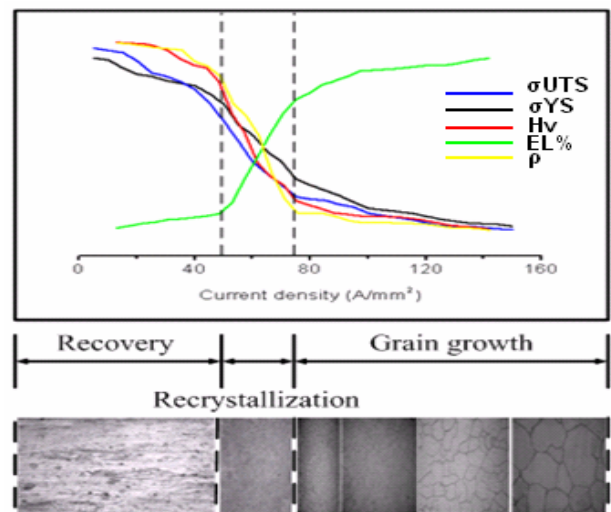


Fig. 14 Current density and mechanical, physical nature of the relationship between map

Table. 4 Current density and annealing analysis of three-stage mechanism

| Current density vs Slope and Fit curve |                  |              |                   |              |
|--|------------------|--------------|-------------------|--------------|
| organization                           |                  | Recovery     | Recrystallization | Grain growth |
| d(A/mm <sup>2</sup> )                  |                  | 5~50         | 50~75             | 75~150       |
| Slope                                  | Hardness         | -2.348       | -6.059            | -0.576       |
|  | σ <sub>YS</sub>  | -0.531       | -1.645            | -0.345       |
|  | σ <sub>UTS</sub> | -0.882       | -1.697            | -0.266       |
|  | EL%              | 0.095        | 1.069             | 0.113        |
|  | ρ                | -0.012       | -0.052            | -0.002       |
| Fit curve                              | Hardness         | 553.4-2.348d | 690.6-6.059d      | 279.5-0.576d |
|  | σ <sub>YS</sub>  | 125.8-0.531d | 177.3-1.645d      | 75.84-0.34d  |
|  | σ <sub>UTS</sub> | 177.0-0.882d | 208.8-1.697d      | 102.9-0.266d |
|  | EL%              | 1.1+0.095d   | -46.6+1.069d      | 26.3+0.113d  |
|  | ρ                | 9.2-0.012d   | 11.0-0.052d       | 7.3-0.002d   |
| Microstructure                         |                  |              |                   |              |