

退火處理與交互冷軋對 ZK60 之機械性質影響

Effect of Anneal Treatment and Cross Cold-Rolling on Mechanical Properties of ZK60

蘇昱銓*
Y.C. Su

吳俊霖
J.L.Wu

王建義
J.Y.Wang

國立東華大學材料科學與工程學系

摘要

本研究旨在探討 ZK60 鎂合金於交互冷軋後，因改變軋延方向而導致材料變形的情形，並藉由後續的退火處理使晶粒更為細化，讓 ZK60 鎂合金之機械性質能更加優異。

實驗中，ZK60 鎂合金以交互軋延之方式（亦即每一次的軋延方向相互垂直）進行冷加工處理，與一般軋延製程於退火後之機械性質進行比較。初步實驗顯示，一般軋延至 20% 後延伸率為 26.4%，200°C×30mins 退火處理後之延伸率增為 37.5%；同樣軋延至 20%，交互軋延後 ZK60 鎂合金之塑形變形較為均勻，延伸率略高，為 27.8%，經過 200°C×30mins 退火處理，因為滑移帶相互交叉，使得應變區域能量較高，成核位置較多，導致再結晶的數量因此而增加，延伸率為 43.2%，伸長率增加較多。

關鍵詞：交互軋延、冷加工處理、退火處理

一、前言

鎂合金的比重低^(1,2)，具有優異的制振性、散熱性和良好的電磁遮蔽性，在追求使產品輕薄短小的現在，鎂合金為結構材料中相當重要的角色。目前工業上鎂合金工件之生產主要以鑄造為主，尤其以壓鑄為主要製程⁽³⁻⁵⁾。雖然壓鑄成形具有高產能以及尺寸控制精準等優點，但不易製造尺寸小的工件，故鎂合金逐漸採用鍛造的方式進行加工處理。與鑄造相比，鍛造成形之產品具有較佳之強度以及延性、良率高且表面性質良好等優點。由於鎂合金在室溫的延性不佳⁽⁶⁾，通常在升溫條件下進行鍛造之製程。由於鎂合金為六方最密堆積（HCP）結構，滑移系統數量少，材料異方性對塑性變形有著一定的影響，因此改善鎂合金之塑性成形性成為拓展鎂合金發展的主要方向^(7,8)。

軋延方向與材料之機械性質具相關性。冷加工後，晶粒之形變方向會與軋延方向平行，晶粒因此具有軸向性，在軸向之機械性質與垂直軸向之機械性有相當的差異性。參考等徑轉角擠製之原理，材料於擠製時經過以不同角度相接之通道，因受到簡單剪形變（simple shear）之影響，材料之內部結構為之改變，重覆此過程數次可累積應變量，進而達到晶粒細化之目的⁽⁹⁾。

本研究嘗試用交互軋延的方式，配合後續的退火處理使晶粒細化以達到類似等徑轉角擠製的效果，並藉由兩種不同溫度的退火處理相互觀察比較其對 ZK60 鎂合金之機械性質影響。另外將以一般軋延之方式進行相同的步驟作為對照組，觀察機械性質之變化及顯微結構之改變。

二、實驗方法與步驟

(一) 試片之製備

本研究使用 Mg-6.0%Zn-0.5%Zr 為研究對象，將擠製材以 400°C 退火 12 小時後，裁切成適當大小，進行兩種不同製程的冷加工處理。

(二) 冷加工與退火處理

首先為一般的軋延製程，軋延方向保持固定；而另一種製程則為交互軋延，每一次的軋延方向相互垂直。這兩種製程均以每次 5% 的軋延量累計軋延至 20%，再分別進行 200°C×30mins 及 300°C×30mins 退火處理。

(三) 顯微結構觀察與分析

欲觀測垂直擠製方向之顯微結構變化，將各種參數之試片切割成適當大小並進行鑲埋、研磨和拋光等步驟。拋光後以腐蝕液（配方：苦味酸×1.5g+醋酸×5ml+水 10ml+酒精 25ml）腐蝕，腐蝕時間為 3 秒，再用清水及酒精沖洗表面腐蝕液後放入烘乾機使表面乾燥，最後再以光學顯微鏡 (OM) 進行觀察。

(四) 機械性質測試與分析

利用放電加工方式製成 ASTM E8M 規格之拉伸試片，以拉伸速率 1mm/min 於室溫下進行拉伸測試，求得降伏強度、抗拉強度及延伸率，並配合之後的硬度試驗數據來探討交互軋延對 ZK60 機械性質之影響。

三、結果與討論

(一) 顯微結構分析

ZK60 鎂合金進行 400°C×12hrs 退火處理後，可看出部分晶粒的周邊散佈著再結晶晶粒 (Fig. 1)，晶粒分布尚不均勻，其平均晶粒大小約為 13μm。

將材料進行一般軋延，晶粒受應力作用產生塑性變形，形狀變得較不規則且可見到有少量的雙晶出現 (Fig.2)，結構為纖維狀組織，無法正確判讀晶粒的大小；之後進行的 200°C×30mins 退火處理，因為回復作用使得部分加工組織消失 (Fig.3)，富差排區出現許多細小的再結晶晶粒沿著軋延方向 (由圖左至右) 散佈在較大的晶粒旁，細晶粒較未退火前多，故整體組織較退火前均勻，晶粒大小為 3~17μm；當退火溫度為 300°C，回復效果更為明顯，部分再結晶晶粒甚至已開始成長，組織變得較大且更為均勻 (Fig.4)，平均晶粒大小為 9μm。

將材料進行交互軋延，受到兩個方向的應力作用而產生兩種方向的塑性變形，雙晶的數量因此更多，組織較一般軋延後更為破碎，呈纖維狀的組織 (Fig.5)，同樣無法判斷晶粒大小；進行 200°C×30min 退火處理後，整體組織因回復的效果以及再結晶晶粒的出現而變得較退火前均勻 (Fig.6)，也因為再結晶晶粒的分布較一般軋延後來得均勻且數量也較多，晶粒大小較小，為 2~12μm；另外，300°C×30mins 退火處理後，因為回復效果更加明顯，加上再結晶晶粒的數量更多，晶粒大小較一般軋延後來得小 (Fig.7)，平均晶粒大小為 7μm，整體結構顯得更為均勻。

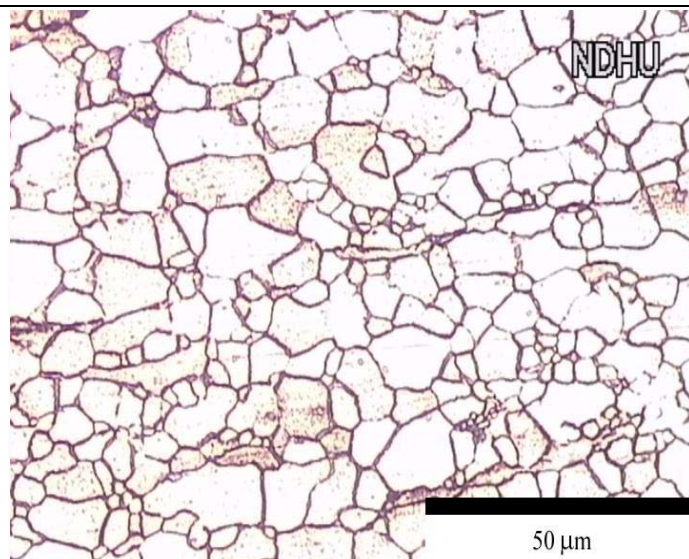


Fig. 1 Microstructure of ZK60 as-extruded plate annealed for 12hours at 400°C.

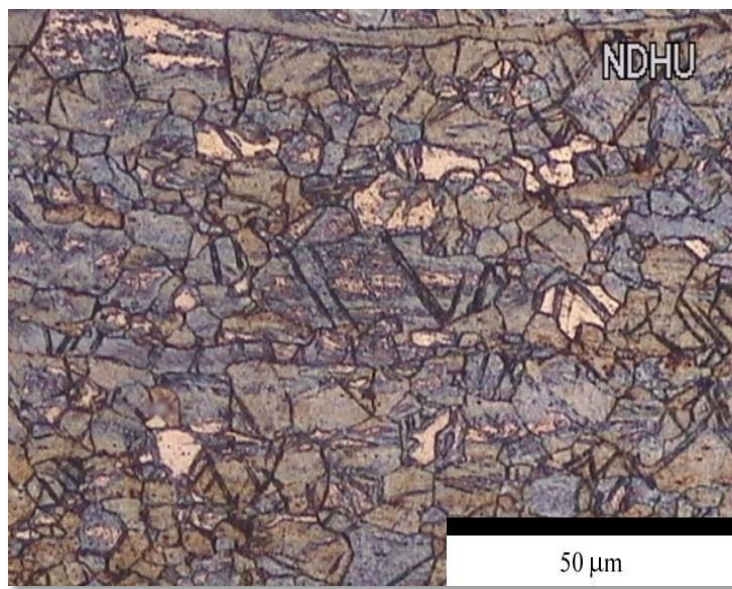


Fig. 2 Microstructure of normal rolling with each pass 5% reduction till 20%.

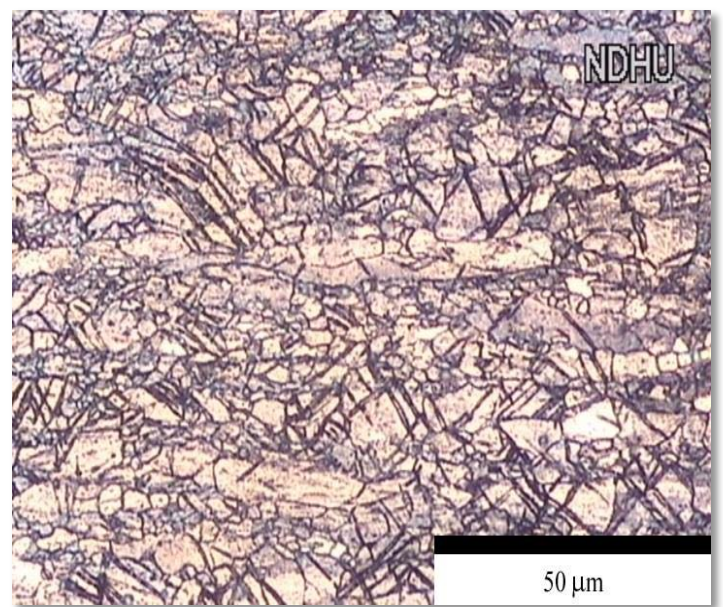


Fig. 5 Microstructure of cross rolling with each pass 5% reduction till 20%.

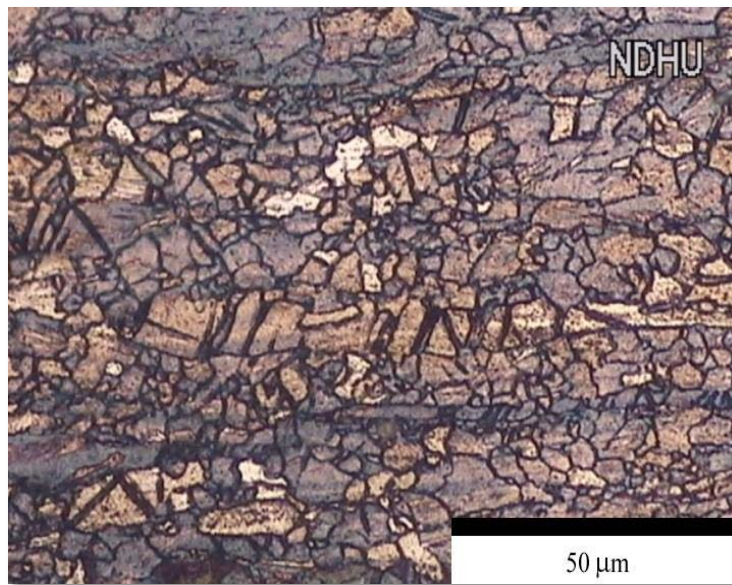


Fig. 3 Microstructure of normal rolling with each pass 5% reduction till 20% and annealed for 30mins at 200°C.

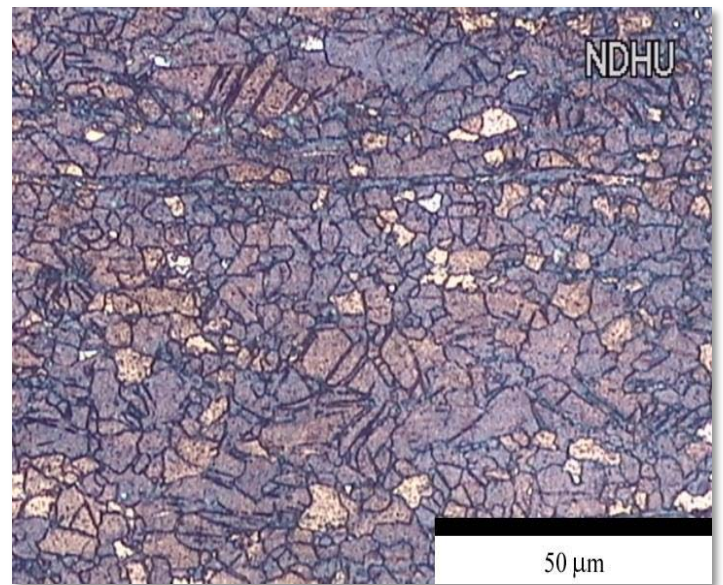


Fig.6 Microstructure of cross rolling with each pass 5% reduction till 20% and annealed for 30mins at 200°C.

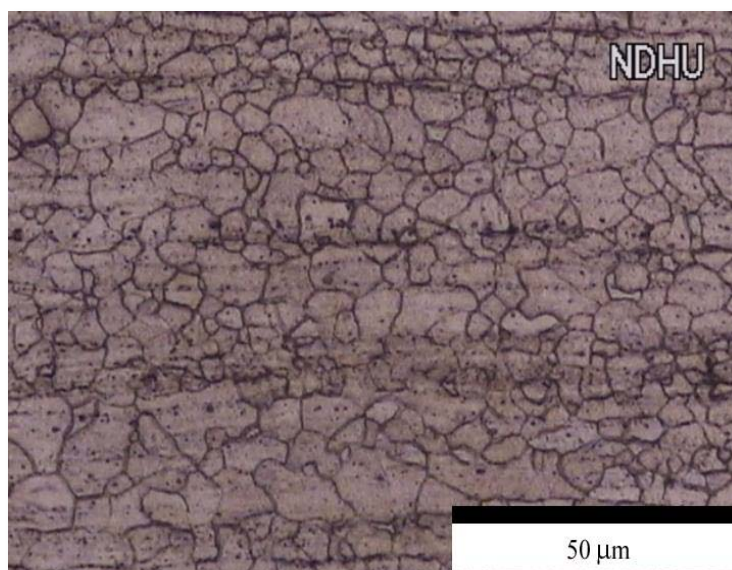


Fig. 4 Microstructure of normal rolling with each pass 5% reduction till 20% and annealed for 30mins at 300°C.

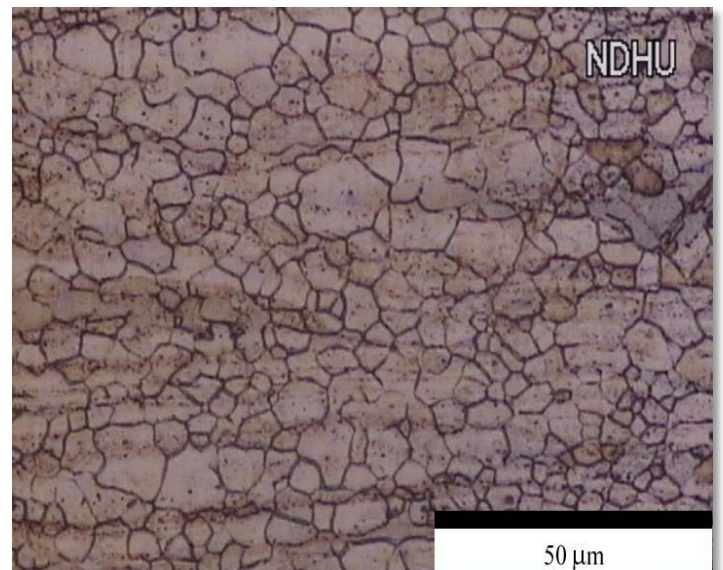


Fig.7 Microstructure of cross rolling with each pass 5% reduction till 20% and annealed for 30mins at 300°C.

(二) 拉伸數據分析

將一般軋延和交互軋延後之試片以及 ZK60 鎂合金經過 400°C×12hrs 退火處理後之試片進行拉伸試驗，其中一般軋延和交互軋延分別以每道次 5% 軋延量累計軋延至 20% 後，進行 200°C×30mins 和 300°C×30mins 退火處理。數據如第 1 表、第 2 表和第 3 表所示。

ZK60 鎂合金經過 400°C×12hrs 退火處理後，其延伸率為 36.3%，抗拉強度為 279.5MPa，降伏強度為 194.1MPa；經過 20% 軋延量的一般軋延後，材料產生塑性變形，應變量的增加使得抗拉強度上升為 323.4MPa，降伏強度上升為 297.7MPa，而延伸率下降為 26.4%；經過 200°C×30mins 退火處理後，因為再結晶晶粒的出現，延伸率上升為 37.5%，而抗拉強度下降為 287.8MPa，降伏強度亦降為 226.2MPa，由此可判斷為再結晶晶粒所造成的細晶強化現象其影響力小於因回復作用使得差排重新排列所造成的軟化現象；經過 300°C×30mins 退火處理，回復所產生的影響更大，加上再結晶晶粒的成長，延伸率增為 41.2%，而抗拉強度和降伏強度下降為 276.9MPa 和 194MPa。

當經過 20% 軋延量的交互軋延，因為塑性變形量的累積，強化的效果較一般軋延後來得強，但也因為塑性變形較均勻，延伸率下降至 27.8%，略高於一般軋延後的延伸率，而抗拉強度上升至 329.1MPa，降伏強度也上升為 307.9MPa；200°C×30mins 退火處理後，由於不同方向的滑移帶相互交錯，富差排區的能量較一般軋延時高，當進行退火處理時，差排重新排列使得晶粒內部的加工應變能降低較多，延伸率上升到 43.2%，但也因為富差排區能量較高，再結晶生成的數量較多且分布較均勻，細晶造成的強化效果較強，使回復所產生的軟化效果不很明顯，強度下降的程度較小，抗拉強度為 294.2MPa，降伏強度為 252.3MPa；而在 300°C×130mins 退火處理後，因為退火溫度較高，使得部份再結晶晶粒開始成長，也因為再結晶晶粒的數量較一般軋延後來得多，延伸率增加較多，為 50.2%，而抗拉強度則因回復效果較強而下降為 275.2MPa，降伏強度也降為 217MPa。

Table 1 ZK60 Annealed for 12hours at 400°C

	Elongation (%)	Yield Strength (MPa)	Ultimate tensile Stress (MPa)
ZK60 as-extruded plate annealed for 12hours at 400°C.	36.3	194.1	279.5

Table 2 Normal rolling with each pass 5% reduction till 20%.

	Elongation (%)	Yield Strength (MPa)	Ultimate tensile Stress (MPa)
Rolled plate	26.4	297.7	323.4
Annealed for 30mins at 200°C.	37.5	226.2	287.8
Annealed for 30mins at 300°C.	41.2	194	276.9

Table 3 Cross rolling with each pass 5% reduction till 20%.

	Elongation (%)	Yield Strength (MPa)	Ultimate tensile Stress (MPa)
Rolled plate	27.8	307.9	329.1
Annealed for 30mins at 200°C.	43.2	252.3	294.2
Annealed for 30mins at 300°C.	50.2	217	275.2

(三) 硬度測試部分

硬度試驗之後，所獲得的數據如第 4 表所示。400°C×12hrs 退火處理後的硬度為 121.5HV。

在一般軋延的製程中，經冷加工後 ZK60 試片產生塑性變形，試片硬度上升為 149HV；於 200°C×30mins 退火後，回復的造成軟化效果大於再結晶產生的強化效果，硬度降為 135.4HV；而經 300°C×30mins 退火處理，因回復效果更為優異，其硬度降為 124.8HV。

交互軋延中，冷加工處理後之硬度為 147.5HV，於 200°C×30mins 退火後，回復效果差，硬度為 139HV，

在 300°C×30mins 退火後，因為回復效果強，加上平均晶粒變大，硬度降為 123.44HV。

Table 4 The hardness of each ZK60 plate

	Non-Rolled Plate	Rolled plate	Annealed for 30mins at 200°C.	Annealed for 30mins at 300°C
Normal Rolling	121.5HV	149 HV	135.4 HV	124.8 HV
Cross Rolling		147.5 HV	139 HV	123.4 HV

四、結論

1. 在實驗中，相同的參數下，交互軋延之晶粒分布較一般軋延均勻且晶粒成長較明顯。300°C×30mins 退火處理後，交互軋延後之平均晶粒大小為 7 μ m，而一般軋延後之平均晶粒大小為 9 μ m。
2. 由 200°C×30mins 和 300°C×30mins 退火處理後的顯微組織可明顯觀察到，雖然前者已有再結晶晶粒的出現，但是可以見到雙晶並未完全消失，而後者再結晶的數量較多，分布較均勻，且部份再結晶已達到晶粒成長的階段，雙晶完全消失，故可粗略判斷 ZK60 的再結晶溫度應介於 200°C 至 300°C 之間。
3. 交互軋延能提供比一般軋延更多的伸長量，且降伏強度不會因此而比較低，交互軋延後的 ZK60 鎂合金甚至能夠擁有較高的降伏強度。300°C×30mins 退火處理後，交互軋延後之延伸率為 50.2%，降伏強度為 217MPa，而一般軋延後之延伸率為 41.2%，降伏強度為 194MPa。

五、參考文獻

- (1) E. Aghion, B. Bronfin, Mater. Sci. Forum 350/351 (2000), 19–30.
- (2) Y. Nishikawa, A. Takara, Mater. Sci. Forum 426–432 (2003), 569–574.
- (3) K. Saitoh, Mater. Jpn. 38(1999), 321-324
- (4) I.J. Polmear, Mater. Sci. Technol. 10(1994), 1-16.
- (5) F. Czewinski, A. Zielinska-Lipiec, P. J. Oinet, J. Overbecke, Acta Mater. 49(2001), 1225-1235
- (6) R.E. Reed-hill, W.D. Robertson, Acta Metall. 5 (1957), 728–737.
- (7) T.C. Chang, J.Y. Wang, O.C. Ming, S. Lee, Grain refining of magnesium alloy AZ31 by rolling, J. Mater.Process. Technol. 140 (2003), 588–591.
- (8) Q.L. Zhang, C. Lu, Y.P. Zhu, W.J. Ding, Effect of rolling method on microstructure and properties of AZ31 magnesium alloy thin sheet, Chin. J. Nonferrous Met. 14 (2004), 391–397.
- (9) V. M. Segal, Materials Processing by Simple Shear, Mater. Sci. Eng., A197, (1995), 157-164.