

晶粒大小及顯微組織對ZK60鎂合金低溫類超塑性之研究

鄭達謙、王建義

Ta-Chien Cheng, Jian-Yih Wang

國立東華大學材料科學與工程學系

National Dong Hwa University, Department of Material Science and Engineering

摘要：

本研究以商用結構材ZK60鎂合金為研究材料，對其在200°C之低溫具有類超塑性之特性進行探討，利用軋延方式與熱處理，組合兩種不同軋延溫度200°C與400°C進行恆溫與異溫軋延，並結合改變每道次不同之軋延量與熱處理，施以總計80%之軋延量，控制材料微結構，探討ZK60在經過不同熱機處理後，其晶粒尺寸、形狀將如何影響超塑性行為。結果發現ZK60鎂合金在200°C應變速率 $1 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ 高溫拉伸測試中，發現晶粒細化之結果，可以降低材料在高溫時的yield-stress，另外經XRD分析，發現ZK60經過200°C軋延後，顯微組織中晶粒有從優取向($\{002\}$ 方向)情形產生，進而提昇材料的延伸率。

關鍵詞（中英文對照）：ZK60鎂合金（ZK60）、超塑性（superplasticity）、顯微結構（microstructure）

一、前言

鎂合金為目前工業製程所用最輕之金屬^(1,2)，由於近年來3C產品不斷追求輕薄短小，鍛造型鎂合金所之應用日形重要。但由於鎂合金本身所具有之HCP結構造成其在室溫下成型不易⁽³⁾，所以研究不同的鍛造加工製程以改善成形性研究特受注目^(4,5)。

若欲製造極細薄之工件，在傳統材料中不論利用鑄造或鍛造方法都無法產出，因此便可採用具超塑性特質延展性極佳之材料，製造出此類工件，因此研究材料超塑性之行為便顯得重要。^(6,7)

然而，雖然超塑性材料相當優異，但在實際應用上卻相當不易，因為欲產生超塑性之條件，在溫度上往往需在高於材料 $0.7T_m$ 的環境下；且材料之晶粒需在 $10 \mu\text{m}$ 以下；以及在加工時需施加較小的應變速率⁽⁸⁾。近年來能源危機逐漸浮現，節能減碳已成未來趨勢，超塑性製程由於必須在高溫下且緩慢進行加工，便顯得格外費時且消耗能源。

本研究材料ZK60鎂合金在前人的研究結果指出，ZK60鎂合金為一高溫型鎂合金，其超塑性特質可在 $0.5T_m$ 以下便可顯現（低溫超塑性）⁽⁹⁻¹¹⁾，但前人所提出之ZK60超塑性之研究，都著重在不同strain rate對於延伸率的影響，但由於超塑性機制為晶界交互滑動⁽¹⁴⁾，所以材料晶粒大小、方向亦為產生超塑性與否的重要條件。

因此本實驗將利用熱機處理方式控制晶粒尺寸、形狀，探討ZK60鎂合金在200°C環境中在施以高應變速率是否有超塑性之行為。

二、實驗方法

本實驗先將ZK60鑄錠以擠型機擠製成6mm厚之板材。而後將擠製後之板材進行400°C 12小時退火處理⁽¹²⁾。而後將退火處理後分別進行恆溫軋延與異溫軋延。

2.1 恆溫軋延

恆溫軋延係將試片分別在400°C 進行每道次5%與20%之軋延以及200°C 進行每道次5%之軋延，總軋延量皆設定在80%

2.2 異溫軋延

異溫軋延係先於200°C 下進行每道次軋延率為20%兩道次，接著再於400°C 進行同樣軋延過程，總軋延量為80%。

2.3 高溫拉伸試驗

將不同軋延處理後之各試片分別利用衝床製備拉伸試片，平行部之長度為10mm。而後在200°C 進行高溫拉伸試驗，所採用應變速率為 $1 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ 。

三、結果與討論

Fig. 1為ZK60擠型材之顯微結構，可看出材料經過非常大的塑性變形後，內部的顯微結構分佈不均且方向性紊亂、晶粒尺寸差異非常大，較大的晶粒被扭曲的相當嚴重，其原因推測係由於擠型時，材料變形不均所至。

經過退火處理後，從Fig. 2可發現加工組織已不復見，但晶粒大小仍有不均現象。原因推測擠型材各部位經擠製時塑性變形量不同造成再結晶程度亦不同，平均晶粒大小為 $6.3 \mu\text{m}$ 。

將退火處理後之ZK60板材，在400°C 下進行每道次5%之軋延量滾軋至80%。從Fig. 3中可以發現晶粒隨著軋延率的增加隨之下降，但由於在400°C 高溫進行軋延，回復效果大於加工效果，因此形成等軸結晶組織，晶粒大小為 $6.1 \mu\text{m}$ 。

而在相同溫度下增加每道次軋延率至20%滾軋80%之試片，Fig. 4可發現此軋延方式晶粒細化效果較明顯，顯示增加軋延率可導入較多之動態再結晶，提昇晶粒細化效果，晶粒大小為 $2.9 \mu\text{m}$ ，且因400°C 高溫之回復效果使晶粒依然保持等軸結構。

將軋延溫度降至200°C 施加每道次5%軋延量滾軋至80%後，藉觀察Fig. 5(a)顯微組織，可發現晶粒細化效果較前兩種軋延方式更為明顯，晶粒也依軋延方向拉長變形，但伴隨著大量的滑移帶以及具有應變能的微細晶粒。其晶粒尺寸差異大且往軸向延伸，因此無法明確的判定平均晶粒大小，為明顯的加工組織，原因在於軋延溫度200°C 低於ZK60鎂合金之再結晶溫度⁽¹³⁾，在此溫度下軋延無法產生動態在結晶所致。基於以上原因，本實驗另外將此組製程進分別進行，200°C、250°C 30分鐘之退火處理，經過200°C 30分鐘退火處理後，從Fig. 5(b)中可以發現晶粒有成長的情形，但仍然軋延時的軸向應變依然存在於較大的晶粒中（約 $5 \mu\text{m}$ ），無應變之等軸再結晶晶粒開始在晶界周圍生成（約 $1 \mu\text{m}$ ），平均晶粒大小為 $1.4 \mu\text{m}$ 。而經過250°C 30分鐘退火處理結果與200°C 之結果大致相同，僅晶粒成長幅度較大（Fig. 5(c)），軸向應變晶粒大小約為 $8 \mu\text{m}$ ，再結晶晶粒大小約為 $2 \mu\text{m}$ ，平均晶粒大小為 $3.7 \mu\text{m}$ 。

另外組合兩種不同溫度製程之異溫軋延，成功的利用結合靜態與動態再結晶，將在200°C 軋延時產生的滑移帶與纖維狀組織消除且產生微細的再結晶(Fig. 6)，晶粒細化至 $2.1 \mu\text{m}$ 。

將上述經不同軋延製成之試片進行高溫拉伸試驗，選擇在200°C 應變速率選擇接近工業製程之 $1 \times 10^{-3} \cdot \text{s}^{-1}$ 進行測試，結果如Table 1。

Table 1 Different rolling process and Tensile test results in 200°C with strain rate $1 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ of ZK60.

Process	Microstructure	Grain size	Yield-Stress	Elongation
Isothermal rolling in 400°C with 5% rolling reduction each pass	Equiaxed	4.3 μm	102.3 MPa	127.3%
Isothermal rolling in 400°C with 20% rolling reduction each pass	Equiaxed	2.9 μm	76.4 MPa	125.3%
Isothermal rolling in 200°C with 5% rolling reduction each pass and annealed in 200°C 30mins	Fine (~1 μm) axial strained grain (5 μm)	1.4 μm	59.2 MPa	174.6%
Isothermal rolling in 200°C with 5% rolling reduction each pass and annealed in 250°C 30mins	Fine (~2 μm) axial strained grain (8 μm)	3.7 μm	80 MPa	136.3%
Different temperature rolling	Equiaxed	2.1 μm	88 MPa	171.4%

由Table 1可得知，延伸率皆達到120%以上最高可達177%，顯示ZK60在此條件下仍然有不錯的延伸率，有類超塑性之行為。此外從表中可發現隨著晶粒大小的下降，ZK60在200°C時的yield-stress也隨之降低，顯示晶粒細化效果可以降低yield-stress。

在延伸率方面，從實驗結果發現，在各組試片中，經過200°C軋延後之ZK60皆具有較高延伸率，為探討此特殊現象，吾人利用X光繞射儀(XRD)進行分析，比較ZK60在經過200°C與400°C兩種不同恆溫熱軋製程後結晶方位的差異。

從Fig. 7 XRD分析結果中，可發現在經過200°C軋延後，(002)和(004)繞射峰強度明顯強於，在400°C軋延後之試片，有一{002}之優選方位。

由於高溫拉伸試驗的降低 ($T/T_m \approx 0.5$)，因此ZK60在此溫度下之塑型行為將類似低溫超塑性(LTSP)，在前人的研究中^(15,16)，低溫超塑性之機制，不再為單純的軸向晶界所滑移主導，而是由均向晶界滑移(homogeneous grain boundary sliding)以及晶界上差排的堆積(grain boundary dislocation pile-ups)所主導，如Fig. 8所示。

對照XRD結果可推論，在經過200°C軋延後之ZK60結晶組織產生{002}之優選方位，此為有利於鎂合金其HCP結構產生底面滑移的方位，而有利於200°C時之均向晶界滑移與差排的堆積，延伸率因此增加。

四、結論

1. 若欲快速達成均勻細化之晶粒，在400°C高溫下可藉由增加軋延量來達成，獲得等軸且均勻，大小約為2.9 μm 之細晶粒。
2. 亦可以利用異溫軋延#1（先在200°C後在至400°C下軋延）處理，利用此方法得到具軸向排列且等軸尺寸約為2.1 μm 之晶粒。
3. 對於ZK60鎂合金，晶粒細化之結果，可以降低材料在高溫時的yield-stress。
4. ZK60鎂合金經過200°C軋延後，顯微組織的優選結晶方位，有助於增加材料的延伸率約40%，最高之延伸率可達171%。

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) R.E. Reed-hill, W.D. Robertson, Acta Metall. 5 (1957) 728–737.
- (4) 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.
- (5) 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.
- (6) Xun Y W, Tan M J, Application of superplastic forming and diffusion bonding to hollow engine blades, Journal of Materials Processing Technology, 2000,99:80-85
- (7) Weisert ED, Advanced structural component by SPF.DB processing, Ti Sci and Techn, 1984(2): 1221-1228
- (8) Robert E. Reed-Hill, Reza Abbaschian, Physical Metallurgy Principles 3rd edition.
- (9) A. Galiyev *, R. Kaibyshev, Scripta Materialia Vol. 51 (2004) 89–93, “Superplasticity in a magnesium alloy subjected to isothermal rolling”
- (10) Hiroyuki Watanabe*, Toshiji Mukai, Kenji Higashi, Scripta Materialia, (1999)Vol. 40, No. 4, pp. 477–484, SUPERPLASTICITY IN A ZK60 MAGNESIUM ALLOY AT LOW TEMPERATURES
- (11) C Wang and X Wang and H Chang and K Wu and M Zheng, Processing maps for hot working of ZK60 magnesium alloy, Materials Science and Engineering: A, Volume 464, Issues 1-2, 25 August 2007, Pages 52-58
- (12) 余琨，黎文献，王日初，中国有色金属学报，2007年2月 第17卷第2期，热处理工艺对挤压变形ZK60镁合金组织与力学性能的影响
- (13) 徐章詮，陳麒任，李雄，王建義，ZK60鎂合金特性及成形性研究，P.104，台灣鎂合金協會九十七年度會員大會暨論文發表會論文集
- (14) MR Barnett and A Ghaderi and I Sabirov and B Hutchinson, Role of grain boundary sliding in the anisotropy of magnesium alloys, Scripta Materialia, 2009.
- (15) A Bussiba and A Ben Artzy and A Shtechman and S Ifergan, Grain refinement of AZ31 and ZK60 Mg alloys—towards superplasticity studies, Materials Science & Engineering A (2001)
- (16) A.M. Galiyev, R.O. Kaibyshev, Low temperature superplasticity in a magnesium alloy, in: A.K. Ghosh, T.R. Bieler (Eds.), Proceedings of Superplasticity and Superplastic Forming, TMS Publications, supplementary volume, 1998, pp. 20–29.

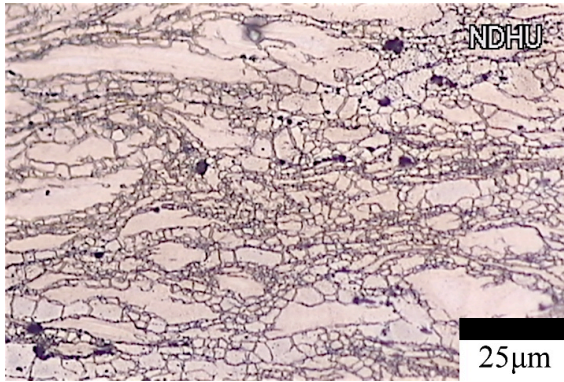


Fig. 1 Microstructure of as-extruded ZK60 plate.

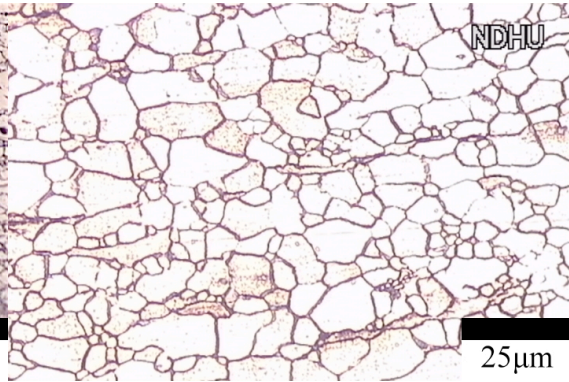


Fig. 2 Microstructure after annealing in 400°C for 12 hrs of ZK60 as-extruded plate.

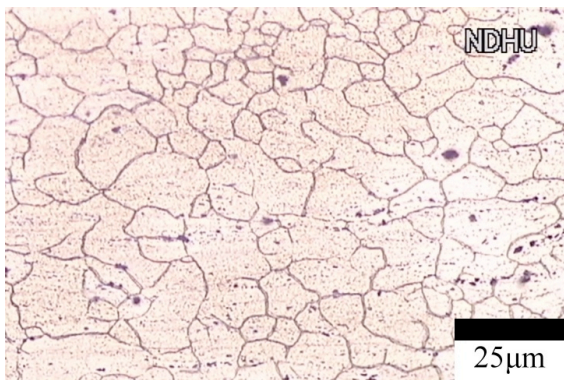


Fig. 3 Microstructure of ZK60 by 400°C isothermal rolling with each pass 5% reduction till 80%.

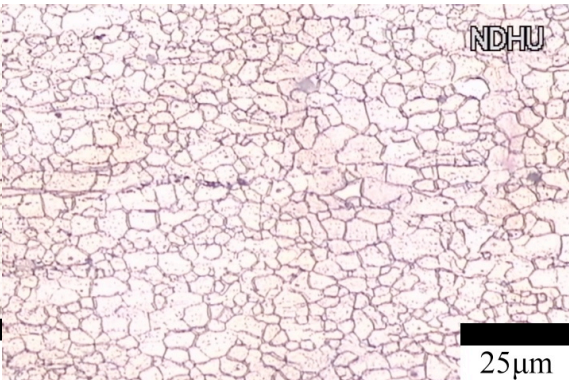
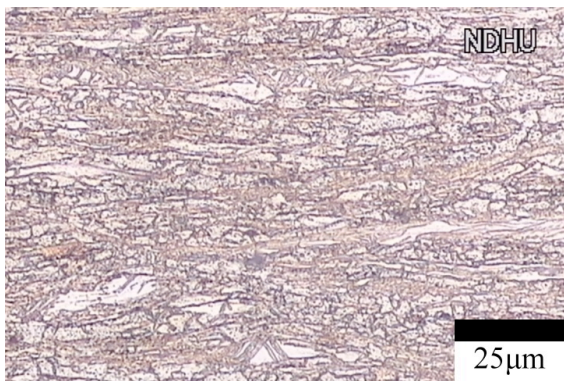
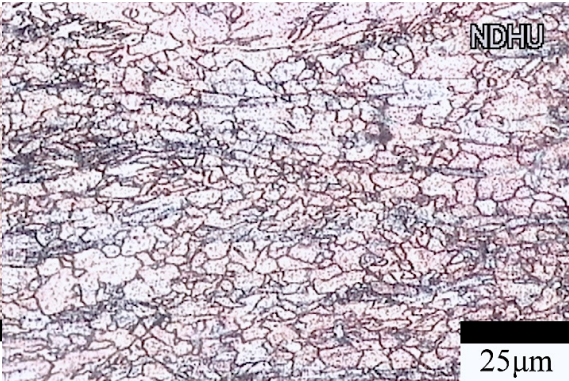


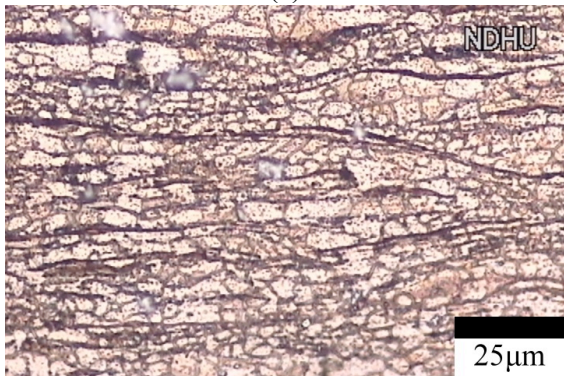
Fig. 4 Microstructure of ZK60 by 400°C isothermal rolling with each pass 20% reduction till 80%.



(a)



(b)



(c)

Fig. 5 (a) Microstructure of ZK60 by 200°C isothermal rolling with each pass 5% reduction till 80% and annealed for 30 min in (b) 200°C (c) 250°C.

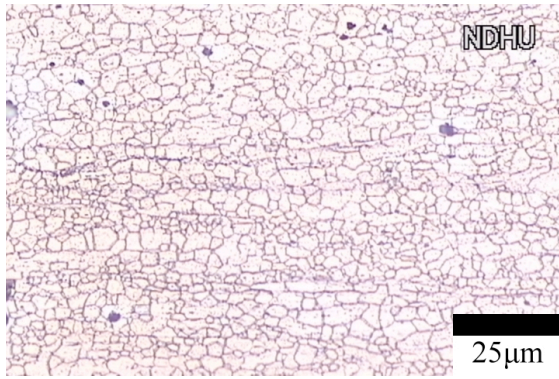


Fig. 6 Microstructure of different temperature rolling process by combine 200°C and 400°C these two temperatures of ZK60.

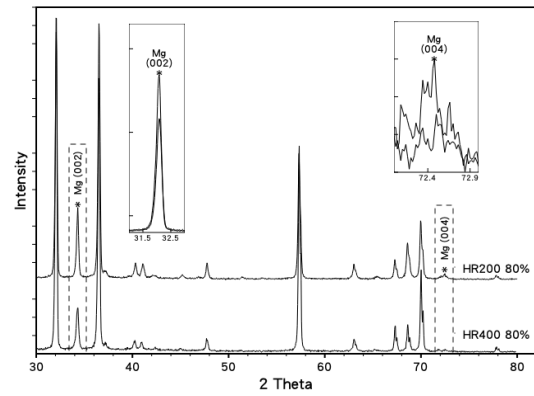


Fig. 7 Comparing XRD result of two kind of isothermal rolling, 200°C and 400°C.

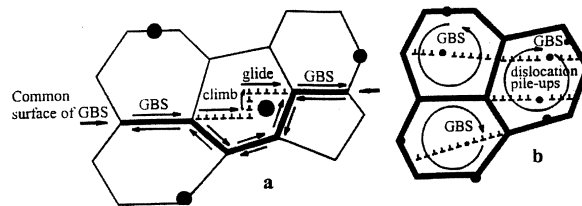


Fig. 8. Two types of GBS at magnesium alloys (a) HTSP; (b) LTSP⁽¹⁶⁾.