

行政院國家科學委員會專題研究計畫 期中進度報告

子計畫二：車用鎂合金管件之半溶融成形研究(1/3)

計畫類別：整合型計畫

計畫編號：NSC94-2212-E-009-022-

執行期間：94 年 08 月 01 日至 95 年 07 月 31 日

執行單位：國立交通大學機械工程學系(所)

計畫主持人：徐瑞坤

計畫參與人員：林耀楠、徐啟峰、曾仕駿、梁達嵐、黃大益

報告類型：精簡報告

處理方式：本計畫可公開查詢

中 華 民 國 95 年 5 月 29 日

行政院國家科學委員會專題研究計劃年度期中報告

镁合金管棒材之成形性分析及各式镁合金產品之開發

子計畫二：車用镁合金管件之半溶融成形

計畫編號：NSC 94-2212-E-149-002-

執行期間：94年8月1日至97年7月31日

第一年：94年8月1日至95年7月31日

主持人：徐瑞坤 國立交通大學機械工程學系教授

計畫參與人員：林耀楠 國立交通大學機械工程學系博士班

計畫參與人員：徐啟峰、曾仕駿、梁達嵐、黃大益 國立交通大學機械工程學系碩士班

摘要

本子計畫第一年期首先針對兩種不同的半固態鎂合金材料AZ91、AZ61，進行相關的製程研究。計畫第一年我們預期達到的進度為：

- (1) 變形抵抗與溫度關係建立
- (2) 固相率、流動速度、溫度
- (3) 半溶融狀態之固相粒子的尺寸、形狀分布

藉由這些基礎數據的建立，包括找出鎂合金之半固態成形溫度所對應之不同的固相比，以及機械性質之間的關係（尤其是球化組織與材料強度之間的影響）。我們希望本研究能建立鎂合金於半固態加工之相關材料性質資料庫，對於日後材料選用以及性質掌握能夠更有幫助。

關鍵字：鎂合金，半固態成型、固相率

Abstract

This study investigates the mechanical properties of two magnesium alloy (AZ91、AZ61) under semi-solid condition. Namely, relationships between:

- (1) Deformation resistance and temperature
- (2) Solid fraction and temperature
- (3) Grain size and temperature

These relationships provide the data-base for understanding of the magnesium alloys under semi-solid state, which in turn can help the manufacturers of these alloys.

Key word : magnesium alloy ; semi-solid ; solid fraction

一、引言

在鎂合金的成形技術上，目前主要是以壓鑄法 (Pressure die casting) 與半固態成形法 (Semi-solid metal forming, SSF) 為主流。雖然利用壓鑄法也可以與半固態成形法一樣，製作出1mm厚以下的薄件金屬，但因其成形溫度較高(熔點以上的純液態)，溫度梯度大易造成變形，且融熔金屬充填時高速的紊流易造成捲氣，因此成品常含孔洞 (porosity)，收縮率較大，而流道、湯餅、溢流槽等的廢料量大，所以需有多道的後續加工[1]。利用SSF製程的話，可以解決這些問題，製作無孔洞、近淨形 (near net-shape)、高品質的金屬鑄件。

半固態成形，是利用金屬合金材料於部分熔融或部分凝固的固液共存狀態下所具有之特殊流變性質，進行加工的一種方法。藉由半固態溫度、施力模式、冷卻率與持溫時間等等的控制，可以有效的改變此一特性。然後，再透過不同的加工程序 (如：擠製、壓延、鍛造等等)，製成板、棒、線管材或各種機械零件。近年來，因工業發展上的需求，不論3C產業或汽車業，在歐美及日本等工業大國，半固態成形加工技術已漸獲得工業界的重視與積極投入，是一新興且未來尚有極大發展空間的新加工技術。

半固態金屬材料的特殊性質是在1970 年代初期，美國麻省理工學院 (MIT) Flemings教授和其博士班學生 David Spencer於從事金屬熱裂性的研究時偶然發現的[2]。他們觀察到，在凝固的過程中將金屬持續不停地攪拌，其結晶顆粒會由樹枝狀晶漸漸改變為近圓球狀晶。Flemings 教授提出其晶粒形狀的改變過程[3]：在開始攪拌之初，樹枝狀晶會漸漸變為玫瑰花瓣狀 (rosette)；若持續攪拌，它會慢慢成熟 (ripening) 再變為圓球狀 (spheroid)。這種圓球狀顯微組織具有特殊的流變特性，這也是半固態成形技術得以迅速發展的關鍵。

以往沒有人考慮在半固態下使金屬成形的主要原因，乃因傳統的樹枝狀凝固組織結晶對材料的顯微結構產生一重大影響：當凝固中的液體，只要凝固出約20%體積分率的樹枝狀晶時，這些樹枝狀晶就會互相連結成網狀結構體。此時，若受到剪應變作用，這些網狀體會產生剪力應變面或是裂縫。而這些裂縫，之後有可能會被其他尚未凝固的金屬熔液所填補，因而產生了巨觀的偏析；也有可能根本無法被填補，於是變成了鑄件裂縫。所以，自 Flemings 發現在半固態狀態下形成球狀晶的方法後，便引起了各方的注意，各國學者紛紛投入研究。從1990、1992、1994到2000年，已舉行了六次半固態製程的國際研討會，半固態成形受到了更大的重視。

在日本方面對於半固態成形加工技術的研究開發較多，木內學對於半固態加工未來的發展與展望有概略的闡述[4]，其內包括了半固態金屬的特性解說，製造技術的開發和可能的成形法。此外，木內學和杉山澄雄在固相率的推導上則嘗試了不同方式。[5]

半固態加工成形零件的優點，只有在精準調整製程的

條件下，才能夠彰顯出來。在半固態黏漿進入模具成形之前，黏漿固相粒子需具有良好的顯微組織。諸如固相骨架結構、晶粒的成長與球化的程度，對成形時半固態合金的流變行為都有很大的影響。晶粒愈近似等軸狀，黏漿的流動性愈好；晶粒尺寸愈小，則產品的機械性質愈佳。原材料如何被適當加熱到特定的半固態溫度(特定的固液相比例)，以及保溫溫度，才能得到較均勻的成形溫度以及球化組織等，如何完成相關的基礎研究，對於該製程應用之好壞，非常的重要。

半溶融狀態金屬溶液，在固相率極低的情況下可以視為牛頓流體，可是只要是固相率稍高(約大於10%)，則溶液的黏度會隨流動速度、溫度而變化而成為非牛頓流體[6]，半溶融狀態的溶液中含有多種不同粒徑的結晶粒，這種固液混合液的黏度也會隨固/液相混合比而產生變化[7]。欲探討鎂合金之半溶融鑄造加工條件與產品特性之關係，對於上述固相率(固/液相混合比率)，半溶融溶液的流動速度、溫度與黏度相互間之關係。

二、實驗方法與流程

2.1 近等軸狀晶粒之製備

若金屬塊在室溫經冷加工且其應變量大於一臨界值，則此金屬塊在加熱到某一溫度後內部會產生回復及再結晶 (Recrystallization)，並形成大量的細小晶粒。若溫度繼續升高，再結晶所形成晶粒的晶界由於能量較高會先行熔化，使其成為一種晶粒懸浮於固態金屬的狀態。應變導引熔漿活化法 (SIMA) 即是運用此原理製備半固態黏漿[8]。因SIMA的成形過程簡便，設備裝置較為單純，這種方法對實驗進行是比較有利的，不必經由加熱至純液態後施予剪應力再冷卻至半固態這樣一個步驟，適合實驗室的研究，故我們本實驗即利用壓床在室溫下給予10%的壓縮應變，以求能看到球狀晶的金相結構。

2.2 加熱方法

據我們查詢到的鎂合金基本性質[9] (如表一、表二所示)，可以發現鎂合金的燃點大約在550°C上下，當加熱到半固態溫度區間 (約420°C ~ 600°C) 時，很容易引起激烈的氧化反應燃燒。因此在加熱時必須避免半固態的鎂合金接觸到空氣。而避免接觸空氣的方法主要有以下幾種：

2.2.1 抽真空

利用真空爐加熱或將試片置放於容器內再將容器內抽成真空狀態(容器可用石英或不鏽鋼等熔點較鎂合金高的材料製作)。

2.2.2 保護膜

在放置鎂合金的容器中，置入少量不與鎂合金反應、比重比鎂合金輕且熔點較低的金屬或合金 (如：鈦)，這樣鎂合金於半固態狀態時，其表面上可浮著一層金屬或合金保護膜而與空氣隔離。

2.2.3 噴氣體

在半固態鎂合金移出加熱爐準備淬火時，於移動過程中不斷以常溫惰性氣體（如：氮氣、氬氣）噴溶液表面，直到進入淬火的液體中。

我們實驗採用的方法類似上述中的第三種方法，在加熱爐的後方接上高壓氮氣的管線，使氮氣充滿爐內將空氣逼出，而在試片移出加熱爐的同時，以噴槍噴出高壓氮氣於鎂合金試片表面，以達到隔絕空氣與半固態鎂合金接觸的目的。

2.3 實驗設備

2.3.1 100噸油壓式壓床

為協易機械公司製造之SDP-100型，其沖頭行程之最小刻度為0.1cm。首先以沖頭下壓對試片施以壓縮加工，以產生應變量。

2.3.2 程式控制之熱處理爐

為詠欣製造之CMF 60型，如圖一所示。其加熱功率為10KW，加熱溫度可達1200°C。

2.3.3 急冷設備

為容積約5.6公升之水槽，將加熱至半固態溫度範圍之試片快速丟入槽中淬火至常溫下，使半固態狀態之試片組織即時凝固，以保留淬火時溫度的顯微結構，藉由觀察其不同相之形態，作為計算固相率之依據。

2.3.4 金相觀察

使用之相關設備如熱鑄埋機、研磨拋光設備、拋光液(Al2O3粉末1g加蒸餾水10g)、腐蝕液(硝酸1cc、醋酸20cc、水19cc、乙二醇60cc)、酒精(清潔用)、吹風機、金相顯微鏡及照相設備等。

2.4 實驗流程

本實驗之步驟如下（流程示意圖如圖二所示）：

2.4.1 材料準備

準備AZ91、AZ61 10mm x 40mm的材料數個，利用100噸油壓式壓床對材料施以壓縮加工（壓力30噸，速度0.1cm/s），給予壓縮加工量10%，使得材料內部存有殘留應力。接著再將壓縮後的試片加工成10mm x 10mm立方體試塊。試片外觀如圖三所示。

2.4.2 半固態溫度

將處理後的試塊置於陶瓷容器裡（內部表面噴上石墨），再放入程式控制之熱處理爐內，熱處理爐外接通管，施以氮氣，分別將試塊加熱至半固態溫度區間480°C、500°C、520°C、540°C、560°C，持溫30分鐘，然後從爐內取出迅速投入常溫水中淬火，以觀察各種溫度下材料之顯微結構。

2.4.3 金相分析與觀察

2.4.3.1 鑄埋

使用熱鑄埋機鑄埋，壓力30kN、加熱時間7分鐘、冷卻時間4分鐘，製作成觀察前的試片材料，如圖四所示。

2.4.3.2 研磨

鑄埋好的試片，將要觀察的哪一面先磨平再磨光。首先以粗顆粒的砂紙磨平，再以較細的砂紙，將前一次的研磨痕跡完全磨掉。使用的砂紙粗細以150開始研磨，再以400、800、1200，最後以2000的砂紙研磨磨光。在研磨的過程中，使用水做為濕式研磨媒介，優點為沖除顆粒、碎屑及冷卻試片等作用。

2.4.3.3 拋光

為使試片表面光亮，必須用更細的顆粒研磨，這一道手續稱為拋光。所用之拋光顆粒為三氧化二鋁。將三氧化二鋁粉與水混合成乳劑，將之噴灑在旋轉絨布台上，這時三氧化二鋁粉會留在絨布上的纖維堆裡，再將試片按壓到絨布上研磨。分別經過1、0.3、0.05微米三個階段。拋光好的試片必須以清水清洗，以除去三氧化二鋁粉，最後以酒精噴灑（防表面生鏽），熱風吹乾。

2.4.3.4 腐蝕

為使顯出顯微結構，必須以適當的腐蝕液腐蝕之，所使用的腐蝕液為硝酸1cc、醋酸20cc、水19cc、乙二醇60cc混合成之溶液。將欲觀察的表面浸入腐蝕液中5~10秒即可觀察。

2.4.3.5 顯微結構觀察

將處理完的試片以金相顯微鏡倍率200X觀察之，將所觀察到的結果紀錄。

五、實驗結果與討論

目前我們已進行實驗部份，為溫度與固相率關係之金相觀察與固相率估算，我們目前加熱至半固態溫度區間480°C、500°C、520°C、540°C、560°C、580°C、600°C，共七組溫度，持溫30分鐘後進行淬火，保留該溫度下的顯微組織，藉以觀察溫度對固相率變化的影響。不過我們目前面臨一個問題，就是當實驗中加熱到600°C左右時，鎂合金液態部份增多，造成試片呈熔融狀態，在原本用來盛裝試片的坩鍋中流動，會使坩鍋因高溫而龜裂，甚至試片會在爐內燃燒，故我們暫時缺少部份高溫時的金相照片，將在近期內針對實驗步驟的缺失進行改進。

從我們拍攝的金相照片（圖五至圖十）中（以AZ91為例），我們可以清楚發現，在高倍顯微鏡下原本緊密結合的固相粒子，交界的地方隨著溫度增加而逐漸熔解為液相，顏色較深的線條部份即為液相組織，隨著加熱溫度的上升，顯微組織中液相組織明顯增多，且固相粒子間存在著一層液相成分，可預期的在巨觀變形時，其相對抵抗應會明顯降低，降低加工時的困難度。

另外在固相率方面，結果如表三所示。推斷上我們是利用影像分析軟體Optimas對金相顯微照片做固液相比例的計算，在軟體內可設定材料成分不同或者顏色上的差異，藉此來計算其比例關係，得知其固相率，以提高估算的準確度。

六、進行中實驗部份

6.1 金相觀察未完成部份

目前我們完成的部份，均是利用SIMA製程得到有預先給予壓縮應變的試片，現在正在進行的實驗是對照於SIMA製程，試片未進行任何冷加工，以印證SIMA法是否確實能達到我們期望的需求。此外我們還計畫進行對鎂合金試片給予不同加工量的實驗，去找出預先冷加工量多寡與固相率、晶粒大小形狀之關係。

另外，雖然AZ61、AZ91兩種材料，我們都有進行金相試片的觀察，但因為AZ61拍出來的顯微結構並不十分清楚，所以目前有些溫度下的金相照片看不出該有的組織結構，我們推測也許是腐蝕時間控制不佳，造成腐蝕效果不明顯或太過，近期內將查詢相關資料進行實驗的改進。

6.2 變形抵抗的量測

除金相的觀察外，鎂合金材料在不同溫度下的變形抵抗，也是本期內預計完成的部份。鎂合金之半固態狀態之強度是否如文獻[4]所提到的，會有一明顯的落差，對半固態加工影響極大，此部份的實驗目的在於找出抵抗明顯降低的溫度區間。

目前我們計畫的實驗方法如下：

- 1.利用壓床壓縮於室溫下給予材料壓縮加工量10%
- 2.將試片加工成ASTM標準拉伸試棒（圖十一）
- 3.利用可控溫之萬能試驗機（圖十二），將試棒加溫至半固態區間溫度
- 4.持溫30 min
- 5.利用電腦控制，進行拉伸試驗
- 6.對實驗數據進行整理與分析

6.3 固相率、流動速度、溫度---黏度關係之建立

半溶融狀態的溶液中，含有多種不同粒徑的結晶粒，隨著溫度的改變，這種固液混合液的黏度也會隨固/液相混合比而產生變化，而成形時半固態金屬黏漿的流動性越好，加工的難易度也越低，故找出黏度與其他變數之間的關係也是我們計畫研究的目標之一。

但目前我們由於設備的不足，還未能建立一種有效量測半固態金屬流動時黏度變化的方法，大致構想如圖十三所示，利用一旋轉柱式的黏度測定裝置來測量，但還有些技術上的問題存在，目前仍構思改進方法中。

七、參考資料

- [1]彭煊，徐文敏，蔡浪富，“鎂合金壓鑄的省思與前瞻”，機械工業雜誌，86年5月號, pp.186-192
- [2] S.A. Metz and M.C. Flemings: Trans. Am. Foundrymen's Soc., 1969, Vol.77, pp.329-334.
- [3] M.C. Flemings, "Behavior of Metal Alloys in the Semi-solid State", METALLURGICAL TRANSACTION A, Vol. 22A, May 1991, pp.957-981.
- [4]木內學，“半熔融・半凝固加工21世紀展望”，塑性加工（日本塑性加工學會誌），第35卷，第400號，1994-5.

[5]木內學，杉山澄雄，“半熔融（半凝固）金屬固相率推定法檢討”，Journal of the JSTP, Vol. 37, no. 430, 1996-11.

[6] P.A. Joly and R. Mehrabian, "The Rheology of a Partially Solid Alloy", Journal of Materials Science, 11(1976), pp 1393-1418.

[7] M.C. Flemings, R.G. Riek, and K.P. Young, "Rheocasting", Materials Science and Engineering, 25 (1976), pp.103-117.

[8] M.P. Kenney, J.A. Courtois, R.D. Evans, G.M. Farrior, C.P. Kyonka, A.A. Koch, and K.P. Young, "Semisolid Metal Casting and Forging", in Metals Handbook, Ninth Edition, Vol. 15, Casting, ASM, 1988, pp.327-338

[9] <http://metal.matdb.jp/magne/MG00S0001.cfm>

日本Magnesium協會 Magnesium材料特性Database

物理性質	
密度(20°C)	1.81 (Mg/m ³)
液相線溫度	598~ (°C)
固相線溫度	468 (°C)
溶解開始溫度	420 (°C)
燃點	532 (°C)
線膨脹係數(20~200°C)	27.2 (×10 ⁻⁶ /°C)
比熱	0.8 (kJ/kgK)
融解潛熱	373 (kJ/kg)
熱傳導率	—
電氣抵抗率	143 (nΩ · m)

表一 AZ91 材料性質表[11]

物理的性質	
密度(20°C)	1.8 (Mg/m ³)
液相線溫度	610~ (°C)
固相線溫度	525 (°C)
溶解開始溫度	418 (°C)
燃點	559 (°C)
線膨脹係數(20~200°C)	27.2 (×10 ⁻⁶ /°C)
比熱	1.05 (kJ/kgK)
融解潛熱	373 (kJ/kg)
熱傳導率	80 (W/m · K)
電氣抵抗率	125 (nΩ · m)

表二 AZ61 材料性質表[11]

	500°C	520°C	540°C
AZ91	98.5%	95.7%	87.6%
AZ61	99.6%	99.3%	—

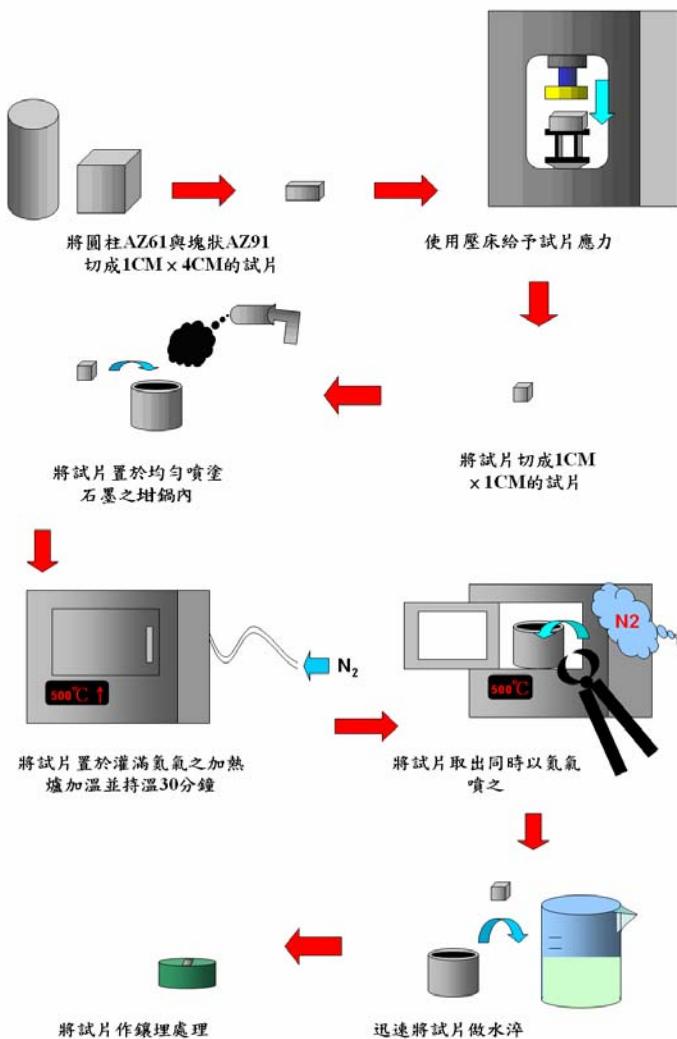
表三 鎂合金溫度與固相率之關係



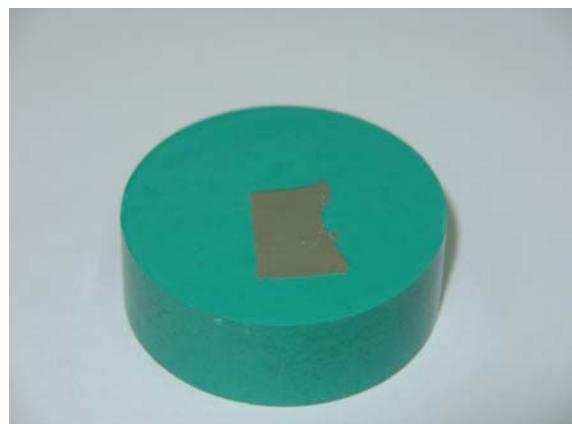
圖一 热處理爐



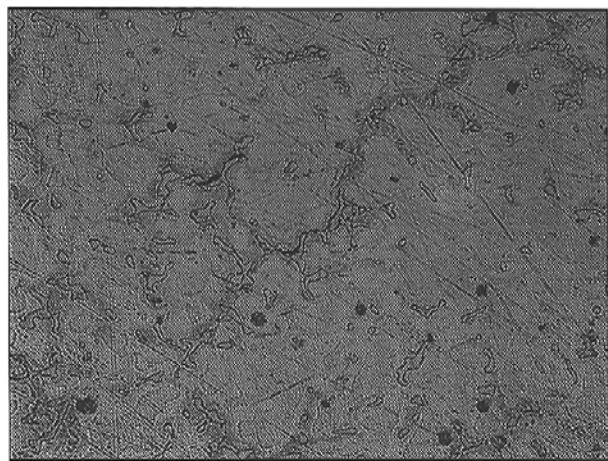
圖二 實驗流程示意圖



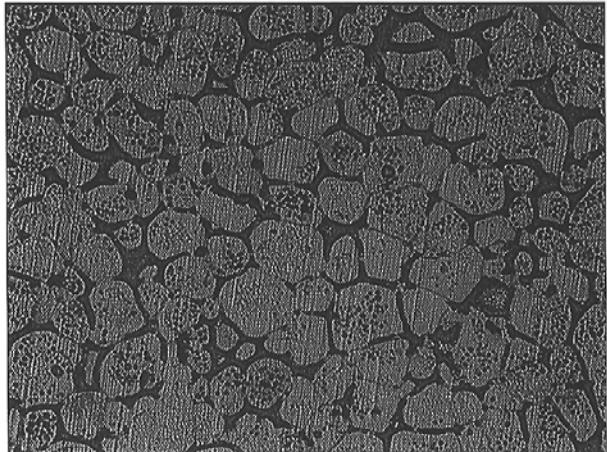
圖三 鎂合金試片外觀



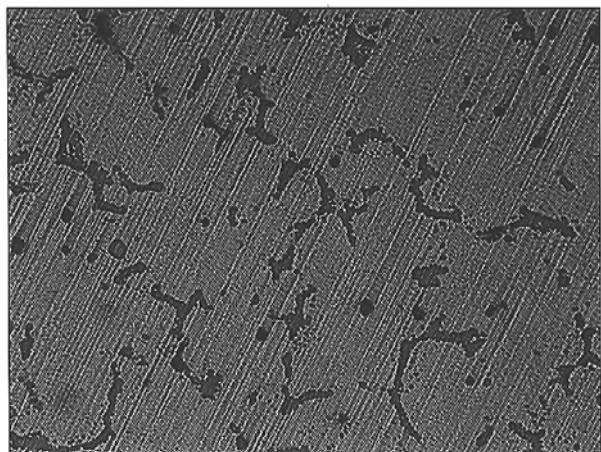
圖四 鑄埋後試片外觀



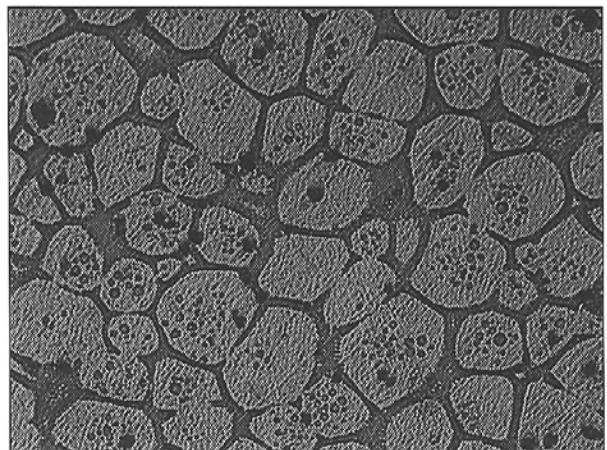
圖五 AZ91加熱至480°C淬火之金相



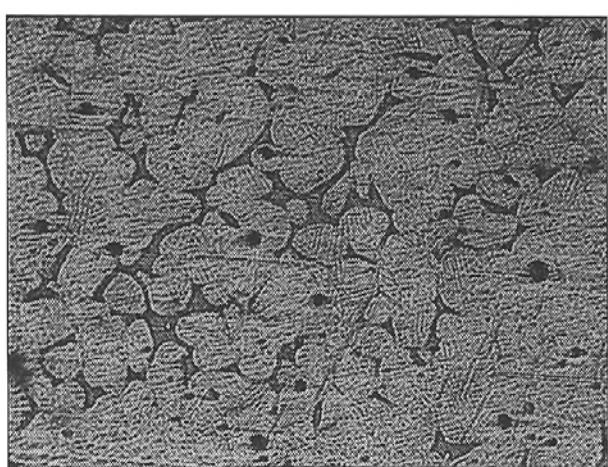
圖八 AZ91加熱至540°C淬火之金相



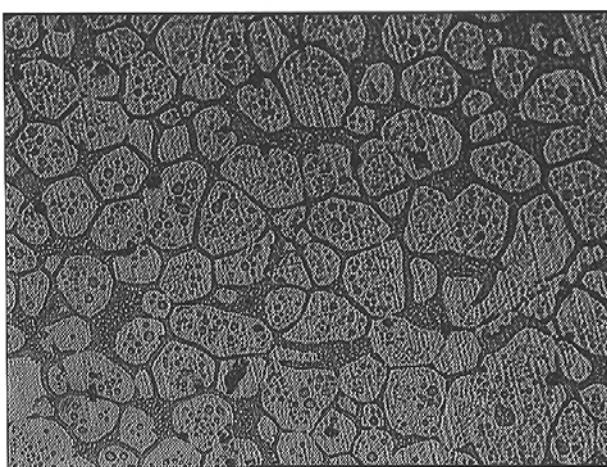
圖六 AZ91加熱至500°C淬火之金相



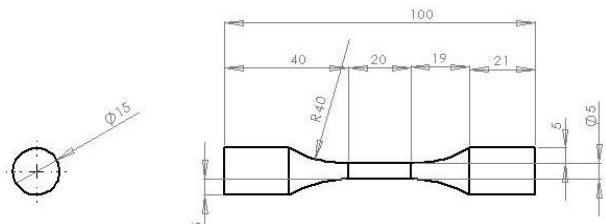
圖九 AZ91加熱至560°C淬火之金相



圖七 AZ91加熱至520°C淬火之金相



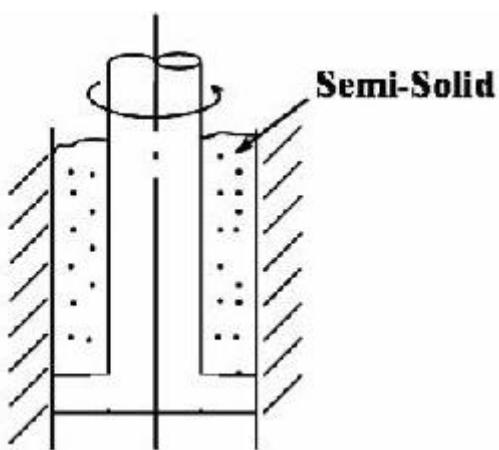
圖十 AZ91加熱至580°C淬火之金相



圖十一 拉伸試棒



圖十二 萬能試驗機



圖十三 黏度測定裝置示意圖